



СКИФ: ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПЕРСПЕКТИВЫ

МАШИНОСТРОЕНИЕ
ХИМИЯ И ЭЛЕКТРОНИКА
БИОМЕДИЦИНА



наука



И ТЕХНОЛОГИИ

Сибири

НАУКА И ТЕХНОЛОГИИ СИБИРИ

Выпуск 12 — СКИФ: Технологические перспективы.
Апрель 2024 г.

Учредитель:

Федеральное государственное бюджетное учреждение
«Сибирское отделение Российской академии наук».
630090, Россия, Новосибирск,
проспект Академика Лаврентьева, дом 17.

Издатель:

Федеральное государственное бюджетное учреждение
«Сибирское отделение Российской академии наук».
630090, Россия, Новосибирск,
проспект Академика Лаврентьева, дом 17.

Главный редактор:

академик РАН Валентин Николаевич Пармон.

Редакционный совет:

Академики РАН С.В. Алексеенко, И.В. Бычков, М.И. Воевода,
А.П. Деревянко, Н.А. Колчанов, Д.М. Маркович, В.И. Молодин,
В.М. Фомин, д.ф.- м.н. С.Р. Сверчков, генеральный директор
ООО «Газпром трансгаз Томск» В.И. Бородин, генеральный директор
АО «Академпарк» Д.Б. Верховод, заместитель полномочного
представителя Президента РФ в СФО В.М. Головкин, д.т.н., президент
НГТУ НЭТИ, председатель Совета ректоров СФО Н.В. Пустовой,
основатель АФК «Система» В.П. Евтушенко .

Редакционная группа:

Заместитель главного редактора Сергей Сверчков, Лариса Деева,
Владимир Ларин, Андрей Соболевский, Татьяна Урбах, Любовь
Батраева, Юлия Андреева.

Фото

авторов представленных материалов и из открытых источников.

Дизайн:

ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный университет
архитектуры, дизайна и искусств имени А.Д. Крячкова»,
ректор Багрова Наталья, арт-директор Чешева Татьяна,
дизайнер Теряева Анна

Свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС 77-82311

от 03.12. 2021 г. выдано Федеральной службой по надзору в сфере
связи, информационных технологий и массовых коммуникаций
(Роскомнадзор).

Адрес редакции: 630090, Россия, Новосибирск,
проспект Лаврентьева, 17, тел.: (383) 217-45-78,
e-mail: l.batraeva@sb-ras.ru

Отпечатано ИП Сергеев Сергей Сергеевич

тел.: +7 (920) 451-77-32,
e-mail: 89204517732@mail.ru

Подписано в печать 19.04.2024

Бумага мелованная. Печать офсетная.
Тираж 800 экз. Свободная цена.


Перепечатка материалов только с письменного разрешения редакции.
Изданию присвоен номер ISSN: 2782-4969

© Сибирское отделение РАН, 2024



ОФОРМИТЬ
ПОДПИСКУ
НА ЖУРНАЛ





обращение главного редактора

4

В номере

стр. 4 Обращение главного редактора
академика В. Н. Пармона



экспертная статья

6

стр. 6 Проект создания синхротронного источника
поколения 4+ ЦКП «СКИФ»: общая информация
и статус реализации



машиностроение

13

стр. 14 Сверхпроводящие вигглеры и ондуляторы для
генерации синхротронного излучения на ЦКП СКИФ

стр. 26 Использование синхротронного излучения для
исследования структуры конструкционных материалов

стр. 34 Перспектива использования синхротронного
излучения и лазерных технологий для решения
передовых задач в авиастроении

стр. 48 Композиционные керамические покрытия на
основе MAX- фаз Ti-Al-C и оксидов системы Y-Al-O

A photograph of laboratory glassware, including a large Erlenmeyer flask on the left and a smaller one on the right, both containing a blue liquid. The background is a light blue gradient.

химия и энергетика

стр. 54 Научно-образовательные проекты НГУ в области рентгеновских и синхротронных исследований

стр. 62 Разработка новых металл-ионных аккумуляторов с использованием возможностей проектируемой совместной станции Бел-СИ

стр. 69 Пояс внедрения ЦКП «СКИФ» — проект Центра масштабирования научных разработок «БиоКатТех» (ЦЕНТР «БиоКатТех»)

стр. 76 Синхротронные методы исследования — необходимый инструмент развития водородных технологий

стр. 81 Синхротронное излучение для решения задач нефтегазовой индустрии

53

A photograph of a person in a white lab coat and gloves, using a pipette to transfer liquid into a rack of test tubes.

биомедицина

стр. 92 Разгадать истинную архитектуру биомолекул в естественных условиях на раз-два-три

91

A photograph of industrial machinery, possibly a press or mill, with a blue component and a metal frame.

фоторепортаж

стр. 102 Фоторепортаж СКИФ 2021-2024

102

Дорогие друзья!

Вы держите в руках номер нашего журнала, посвященный науке и технологиям завтрашнего дня. Почти в буквальном смысле: запуск источника синхротронного излучения СКИФ (Сибирский Кольцевой Источник Фотонов) запланирован на декабрь текущего года, а в начале следующего начнет работу первая очередь экспериментальных станций. Наряду с Национальным гелиогеофизическим комплексом РАН в Прибайкалье это крупнейший и современнейший исследовательский комплекс России. И отрадно осознавать, что оба этих мегапроекта инициированы Сибирским отделением РАН и реализуются при его активном участии.

СКИФ не обделен вниманием общественности. Как утверждают специалисты по масс-медиа, эта установка упоминается в СМИ в разы чаще, чем любой другой российский исследовательский объект. В публикациях подчеркивается импортозамещение: под западными санкциями удается более чем успешно собирать СКИФ из российских компонентов. Пресса отслеживает каждый шаг в создании синхротрона, изготовление каждого значимого элемента. Сограждане знают, что такое вигглер и ондулятор, различают эмиттанс и светимость. Однако значительно реже отображается то, ради чего изготавливаются вигглеры и ондуляторы — сам процесс работы установки и ее специализированных станций, а главное — их применения в интересах фундаментальной, поисковой и прикладной науки, технологий сегодняшних и будущих.

Настоящий выпуск призван во многом заполнить этот пробел. Вы ознакомитесь с конкретной информацией об исследовательских методиках и их потенциальных результатах, связанных с возможностями источника синхротронного излучения СКИФ. В силу моих научных интересов не могу не отметить огромный экспериментальный потенциал в области изучения каталитических процессов и разработки новых катализаторов. На них, без преувеличения, держится вся химическая промышленность России, до сих пор сильно зависящая от зарубежных поставок катализаторов. Однако при чтении публикаций этого выпуска вы увидите, что эксперименты с использованием рабочих станций СКИФ способны также дать прорывные результаты в материаловедении, медицине, биологии, гидро- и аэродинамике, нефтегазовой науке и многих других сферах.

СКИФ — открытый проект, доступный для исследователей любой принадлежности, включая зарубежных.

Белорусские коллеги в одной из предлагаемых вашему вниманию статей обозначили свои интересы по реализации ряда задач на совместной рабочей станции Бел-СИ. Активно ведутся переговоры с потенциальными пользователями станций СКИФ из Китая, Индии, других стран. Текущий номер содержит важную информацию для будущих пользователей, изложенную в обзорной статье академика Валерия Ивановича Бухтиярова — директора ФИЦ «Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН», который выступает генеральным заказчиком-застройщиком ЦКП СКИФ. Речь идет об единых и открытых правилах экспертизы заявок на пучковое время за рамками академической программы исследований, уже утвержденной президиумом СО РАН.

Важно отметить и другое. СКИФ — не только мощный исследовательский инструмент, но и организующий субъект. Не просто новый ЦКП (центр коллективного пользования), а ядро, вокруг и в связке с которым формируется настоящий «Пояс внедрения 2.0». Так, в одной из статей показана взаимосвязанность ЦКП СКИФ с двумя технологически ориентированными проектами программы «Академгородок 2.0» — «БиоКатТех» и «Центр генетических технологий». Это лишь один из примеров интегрирующей и акселерирующей роли проекта СКИФ в научно-технологическом ландшафте Новосибирского научного центра и всей России. СКИФ встроено и в процессы подготовки высококвалифицированных научных кадров. С одной стороны, уже сейчас для работы на установке подготовлены и готовятся профильные специалисты, а с другой — она сама является современным образовательным инструментом.

Разумеется, СКИФ — не волшебная палочка, одним движением которой являются миру передовые технологии. Но путь к ним лежит исключительно через получение новых знаний. Иногда они кажутся бесполезными: как известный опыт Майкла Фарадея с магнитной стрелкой и проволокой под током — но без него не было бы электротехники. Так и СКИФ ценен не только практической применимостью получаемых на нем научных результатов, но и самими этими результатами — независимо от времени их преобразования в нечто полезное.

Всем читателям этого номера, а особенно — причастным, в настоящем и будущем, к проекту СКИФ — желаю успеха во всех начинаниях, профессиональных достижений, мира, здоровья и благополучия!



**С уважением,
академик РАН Валентин Пармон**

главный редактор издания
«Наука и технологии Сибири»,
председатель Сибирского отделения РАН,
вице-президент РАН

*С искренним уважением,
В.Пармон*

ПРОЕКТ СОЗДАНИЯ СИНХРОТРОННОГО ИСТОЧНИКА ПОКОЛЕНИЯ 4+ ЦКП «СКИФ»: ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ И СТАТУС РЕАЛИЗАЦИИ



**Бухтияров
Валерий Иванович**

академик РАН, доктор
химических наук, профессор,
директор ФИЦ ИК СО РАН

Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» или коротко СКИФ — международный центр синхротронных исследований, который создается в наукограде Кольцово Новосибирской области с 2021 года.

СКИФ даст возможность российским и международным группам пользователей проводить передовые исследования с яркими и интенсивными пучками рентгеновского излучения всеми доступными методами, что позволит изучать сверхмалые объекты — микронного и даже нанометрового размера (например, белки вирусов, частички из космоса), а также быстропротекающие процессы продолжительностью в микро- и наносекунды (возникновение трещин в конструкционных материалах и деталях машин, распространение взрывной волны и т.п.).

Этапу реального строительства и создания оборудования Центра предшествовала длительная подготовка.

История создания ЦКП «СКИФ»

Проблема отсутствия современного специализированного источника СИ в России назрела

давно. Для российских исследователей на данный момент доступны два отечественных центра: источники в Институте ядерной физики СО РАН им. Г. И. Будкера (неспециализированные) в Новосибирске и «КИ-СИ-Курчатов» в НИЦ «Курчатовский институт» в Москве. Несмотря на то, что ресурсы этих центров используются максимально, они не удовлетворяют имеющийся спрос ни по объему, ни по уровню технических возможностей, ведь они создавались не один десяток лет назад.

В 2000-х сибирские ученые предлагали не менее пяти вариантов создания источника СИ в Сибири, поскольку здесь имелось все необходимое — технологии и производственные мощности, а главное — многоопытные специалисты как в области ускорительной техники, так и в области исследований в мировых центрах СИ.

Решающим моментом стал визит Президента Российской Федерации В. В. Путина в новосибирский Академгородок в феврале 2018 года. На встрече с Президентом ученые СО РАН рассказали о проекте по созданию центра синхротронных исследований, и он поддержал это предложение, а на вопрос, каким должно быть поколение источника СИ, ответил: «Следующего. Иначе вообще нет смысла ставить».

Далее последовали все необходимые официальные процедуры: поручение Президента, создание Научно-координационного совета ЦКП «СКИФ», задание на проектирование Центра и другие. Окончательно создание ЦКП «СКИФ» было закреплено в Указе Президента РФ № 356 «О мерах по развитию синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры в РФ». Общая стоимость проекта составляет 47,3 млрд. рублей в ценах соответствующих лет.

Ключевыми участниками проекта создания ЦКП «СКИФ» выступают Минобрнауки России (государственный заказчик), ФИЦ «Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН» (заказчик по переданным Минобрнауки России полномочиям и застройщик), Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН (генеральный конструктор и изготовитель оборудования ускорительного комплекса), АО «ЦПТИ» (генеральный проектировщик), АО «Концерн Титан-2» (генеральный подрядчик строительства), а также организации-интеграторы создания оборудования экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» первой очереди (Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО

РАН, Томский политехнический университет, Институт сильноточной электроники СО РАН и др.) и их партнеры.

Параметры и уникальность ЦКП «СКИФ»

ЦКП «СКИФ» — это комплекс из 34 зданий и сооружений, а также технологического и инженерного оборудования, обеспечивающий выполнение научных исследований на пучках синхротронного излучения. Центр располагается на участке площадью около 30 га в наукограде Кольцово, равноудаленном от новосибирского Академгородка и центра Новосибирска.

Наиболее технологически сложные и важные здания комплекса — инжектор, основной накопитель и два отдельных здания экспериментальных станций. Также на площадке размещаются лабораторный и административный корпус, корпус стенов и испытаний, корпус инженерного обеспечения и другие объекты, необходимые для функционирования источника СИ.

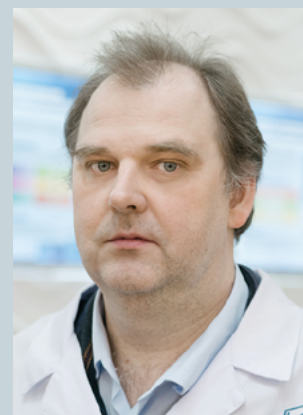
Источниками СИ служат циклические накопители электронов с характерной энергией в несколько ГэВ и длиной орбиты от нескольких сотен метров до нескольких километров. В таких установках интенсивные (с током в несколько сотен миллиампер) пучки заряженных частиц, обладающие очень малым фазовым объемом — эмиттансом, двигаясь в поперечном магнитном поле, создают мощное и яркое излучение, которое по каналам вывода поступает на размещенные вдоль периметра экспериментальные станции для проведения исследований.

Разделение источников СИ на поколения условно осуществляется как раз по эмиттансу пучка (фа-



Левичев Евгений Борисович

член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук, директор ЦКП «СКИФ», заместитель директора по научной работе ИЯФ СО РАН



Зубавичус Ян Витаутасович

доктор физико-математических наук, заместитель директора по научной работе ЦКП «СКИФ»



Малыгина Александра Борисовна

PR-специалист ЦКП «СКИФ»



Рис. 1. Строительная площадка ЦКП «СКИФ» в октябре 2021 года



Рис. 2. Коллектив ЦКП «СКИФ» на церемонии открытия строительной площадки, август 2021 года

зовому объему пучка). Каждое поколение — это уменьшение эмиттанса на один-два порядка. На первом поколении источников СИ эмиттанс составлял сотни нанометров-радиан, на втором — десятки, на третьем — единицы, а на четвертом — десятые доли нанометров (сотни пикометров). Всего в мире работают порядка 50 источников разных поколений, в том числе три из них — четвертого, самого современного поколения (MAX IV в Швеции, Sirius в Бразилии, ESRF-EBS во Франции). Планы создания новых источников СИ или модернизации существующих с горизонтальным эмиттансом существенно меньше 1 нм·рад есть в различных центрах Европы, США, Японии, Китая.

Источник СИ «СКИФ» будет обладать эмиттансом в 75 пм·рад (менее сотни пикометров), что позволяет относить его к поколению «4+». На момент создания ЦКП «СКИФ» станет лучшим источником СИ в классе машин среднего энергетического диапазона.

До 2035 года в комплексе ЦКП «СКИФ» запланировано создание 30 экспериментальных станций, в том числе 6 станций первой очереди — до конца декабря 2024 года. Состав и функционал станций формировался на основе работы международных экспертных групп.

Статус реализации проекта

Официальным началом реализации проекта ЦКП «СКИФ» можно считать создание в ФИЦ «Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН» специализированного ненаучного подразделения — Проектного офиса ЦКП «СКИФ» — в ноябре 2018 года. В соответствии с требованиями эффективности реализации проекта организационная структура Проектного офиса несколько раз претерпевала изменения. С 24 августа 2021 года ЦКП «СКИФ» получил статус обособленного филиала Института катализа СО РАН.

С 2018 года командой проекта, в которую входят все участники — заказчик и застройщик, администрация наукограда, проектировщик, генеральный конструктор и изготовитель оборудования ускорительного комплекса, генеральный подрядчик строительства, интеграторы создания оборудования экспериментальных станций и многие другие партнеры — была проделана громадная работа. С августа 2021 года на площадке ЦКП «СКИФ» идет строительство. По состоянию на январь 2024 года созданы фундаменты всех зданий комплекса. На ключевых объектах ЦКП «СКИФ» — инжекторе, накопителе, в отдельных зданиях экспериментальных станций — идет армирование и монтаж опалубки колонн и стен, бетонирование стен и перекрытий. В четырех зданиях комплекса начата внутренняя отделка. На остальных объектах также ведутся активные строительные работы.

Ежедневно на площадке трудятся около 900 профессиональных строителей. В январе 2024 года к работам подключились 90 представителей студенческих отрядов из 6 регионов РФ.



Рис. 3. Строительная площадка ЦКП «СКИФ» в январе 2024 года
(Фото: Александр Ощепков, НГС Новости)

Параллельно строительству зданий идет создание оборудования ускорительного комплекса. Степень готовности оборудования инжекционного комплекса (линейный ускоритель и бустерный синхротрон) составляет 97%, оборудования основного накопителя — 78%. Согласно планам монтаж оборудования инжекционного комплекса в здании начнется в мае 2024 года, оборудования основного накопителя в здании — в июле 2024 года.

Также параллельно идет создание оборудования 6 экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» первой очереди. Определены интеграторы для всех станций, они уже представили эскизные проекты экспериментальных станций, по ряду станций завершается выдача конструкторской

документации, идет закупка материалов и комплектующих, начато изготовление и тестирование функциональных характеристик прототипов отдельных систем и узлов.

Завершение строительномонтажных и пуско-наладочных работ по всем объектам ЦКП «СКИФ» (ускорительно-накопительный комплекс и станции первой очереди) намечено на конец декабря 2024 года.

Ведется работа по подготовке кадров для ЦКП «СКИФ». В настоящее время специализированные образовательные программы по подготовке специалистов для ЦКП «СКИФ» запущены в Новосибирском государственном университете (НГУ), Новосибирском государственном техническом университете (НГТУ НЭТИ), Томском политехническом университете и других вузах России.

Заключение

Завершение создания ускорительного комплекса и экспериментальных станций первой очереди ЦКП «СКИФ», запланированное на конец 2024 года, позволит начать реализацию обширной программы научных исследований на этой передовой исследовательской установке.

Программа научных исследований уже разработана и одобрена Президиумом СО РАН. Однако продолжается формирование сообщества будущих пользователей ЦКП «СКИФ» и сбор информации о задачах и их объеме, которые они хотели бы решать на новом источнике СИ. Аналитика этого материала ляжет в основу организации работы первых шести экспериментальных станций. Кроме того, идет сбор и селекция проектов по станциям второй очереди.

Планируется, что синхротронный источник ЦКП «СКИФ» после вывода на проектные параметры будет работать в круглосуточном режиме 7 дней в неделю за исключением периодов проведения планово-профилактических работ и работ по ускорительной физике по заранее согласованному графику. Прогнозируемое время работы ускорительного комплекса для пользователей — до 6500 часов в год.

Пучковое время на секциях ЦКП «СКИФ» будет предоставляться как российским, так и международным пользовательским группам по итогам конкурса научных заявок в зависимости от полученных экспертных оценок. Для проведения экспертизы заявок будут сформированы экспертные советы по каждой предметной области. Будет обеспечена безусловная прозрачность процедуры экспертизы и ее независимый контроль. Основой экспертной оценки станут такие критерии, как актуальность предложенной тематики, техническая реализуемость эксперимента, высокий научный уровень заявителя, наличие опыта использования синхротронных источников, наличие публикаций в предметной области, в том числе по предыдущим заявкам, выполненным на ЦКП «СКИФ».







1

Машиностроение

14

Сверхпроводящие вигглеры и ондуляторы для генерации синхротронного излучения на ЦКП СКИФ

26

Использование синхротронного излучения для исследования структуры конструкционных материалов

34

Перспектива использования синхротронного излучения и лазерных технологий для решения передовых задач в авиастроении

48

Композиционные керамические покрытия на основе MAX- фаз Ti-Al-C и оксидов системы Y-Al-O

СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ ВИГГЛЕРЫ И ОНДУЛЯТОРЫ ДЛЯ ГЕНЕРАЦИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ЦКП «СКИФ»



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук

630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 11



Шкаруба Виталий Аркадьевич

доктор технических наук, заведующий научно-исследовательской лабораторией, ведущий научный сотрудник

тел.: (383) 329-49-76,
V.A.Shkaruba@inp.nsk.su

Описание разработки: Специальные сверхпроводящие криомагнитные системы (вигглеры и ондуляторы), разработанные в ИЯФ СО РАН, станут основными устройствами для генерации синхротронного излучения на синхротроне СКИФ и позволят работать внутри биозащиты автономно без расхода жидкого гелия в течение нескольких лет.

Сибирский Кольцевой Источник Фотонов (СКИФ) — это синхротрон, предназначенный для ускорения пучков заряженных частиц (электронов) до высоких энергий и генерации мощных пучков синхротронного излучения (СИ) в рентгеновском диапазоне. Пучок электронов, ускоренный до энергии 3 гигаэлектронвольт, движется внутри вакуумной камеры

синхротронного кольца со скоростью, близкой к скорости света. Если заставить такой пучок на некотором участке орбиты двигаться по извилистой траектории, то часть электромагнитного поля, сопровождающего пучок электронов, будет на каждом повороте траектории «отрываться» от электронного пучка и продолжать двигаться дальше по касательной уже в виде электромагнитного синхротронного излучения. Таким образом, на некотором участке орбиты происходит преобразование энергии электронного пучка в энергию синхротронного излучения, которое является уникальным инструментом для изучения структуры различных объектов в химии, биологии, фармацевтике, исследования новых материалов и т.д.

Специальные устройства, состоящие из большого числа магнитных полюсов, расположенных вдоль орбиты электронного пучка, которые создают магнитное поле с необходимой конфигурацией для преобразования энергии электронов в энергию фотонов, называют вигглерами и ондуляторами. Условно процесс возникновения синхротронного излучения при движении электронного пучка по извилистой траектории в магнитном поле вигглера изображён на Рис. 1.

Траектория движения электронного пучка, форма которой определяется соотношением величины магнитного поля и периода магнитной структуры вигглера, подбирается таким образом, чтобы синхротронное излучение, генерируемое по касательной к траектории, расходилось под широким горизонтальным углом,

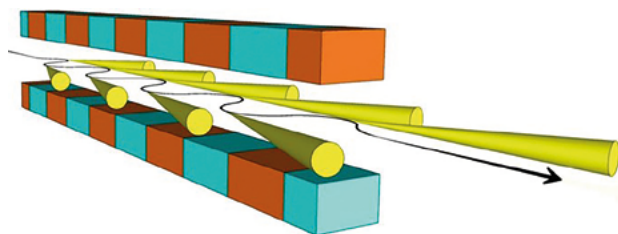


Рис. 1. Генерация синхротронного излучения из вигглера

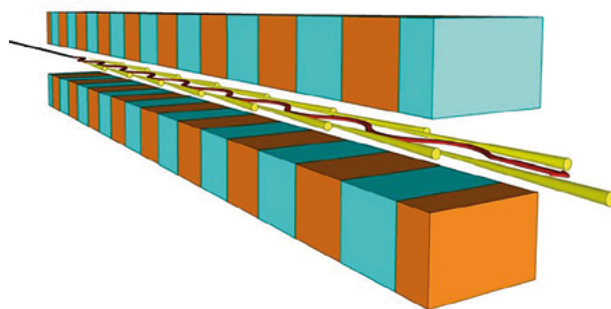


Рис. 2. Генерация синхротронного излучения из ондулятора

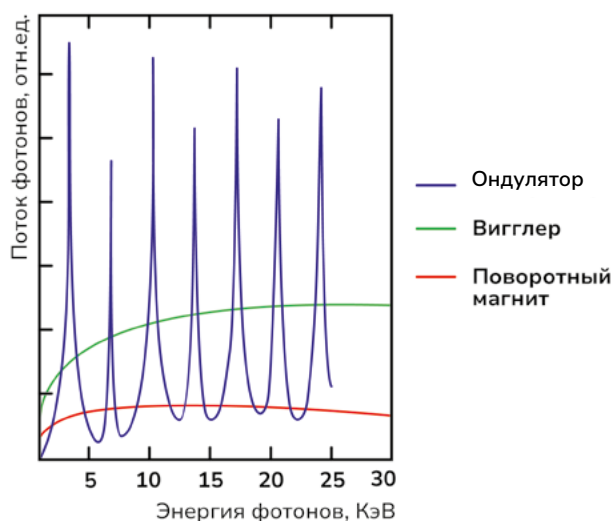


Рис. 3. Спектры синхротронного излучения из вигглера, ондулятора и поворотного магнита

намного превышающим угол естественной расходимости пучка синхротронного излучения. Поэтому полный поток фотонов из всех полюсов вигглера усредняется и имеет широкий непрерывный спектр. Параметры магнитной структуры ондулятора, наоборот, подбираются таким образом, чтобы угол отклонения траектории электронного пучка был сравним по величине с углом естественной расходимости синхротронного излучения, как показано на Рис. 2.

В этом случае происходит интерференция излучения с различных полюсов, и энергия в спектре излучения ондулятора перераспределяется неравномерно в виде пиков высокой интенсивности. Характерные спектры излучения из виг-

глера, ондулятора и поворотного магнита представлены на Рис. 3.

Главная задача, стоящая при создании любого источника СИ — это улучшение его основной характеристики — спектральной яркости потока излучения — числа фотонов в единицу времени в заданной спектральной полосе с единицы площади источника излучения в единицу телесного угла. Именно спектральная яркость определяет величину полезного потока фотонов, который взаимодействует с изучаемым образцом, и если яркость будет недостаточна, то это приведёт к ухудшению статистической точности измерений или вообще исключит возможность проведения эксперимента. Для увеличения яркости источника можно, с одной стороны, повышать энергию электронного пучка, поскольку угловая расходимость пучка СИ уменьшается как $\sim 1/\gamma$ (где релятивистский фактор γ определяется как отношение полной энергии пучка E к энергии покоя E_0 электрона: $\gamma = E/E_0$). Однако с ростом энергии электронного пучка неизбежно будет увеличиваться и диаметр (a , соответственно, и стоимость) самого синхротронного кольца, так как магнитное поле обычных (не сверхпроводящих) поворотных магнитов, обеспечивающих замкнутую круговую траекторию электронного пучка, физически ограничено характеристиками насыщения железа и не может превысить величину 2 Тл. Использование же полностью сверхпроводящих поворотных магнитов с более высоким уровнем поля для поворота орбиты пучка на больший угол и уменьшения диаметра синхротронного кольца было бы неоправданно дорого. Поэтому оптимальным решением является установка в свободные прямолинейные промежутки накопительного кольца, состоящего из обычных «тёплых» магнитов, специальных встав-



Рис. 4. География поставок сверхпроводящих вигглеров производства ИЯФ СО РАН в исследовательские центры синхротронного излучения

ных устройств – вигглеров и ондуляторов со сверхпроводящими электромагнитными полюсами с высоким уровнем поля. К тому же использование сверхпроводящих магнитов с большим уровнем поля значительно повышает поток фотонов в наиболее востребованной для экспериментов жёсткой спектральной области. Поэтому именно вставные устройства в виде сверхпроводящих вигглеров и ондуляторов будут использоваться в качестве основных источников генерации излучения на накопителе СКИФ. Более того, установка именно таких сверхпроводящих вставных устройств и позволила сделать размер синхротронного кольца СКИФ очень компактным, по сравнению с аналогичными источниками СИ с более высокой энергией электронного пучка, при этом не уступая, а даже превосходя их по параметрам генерируемого синхротронного излучения.

Первый в мире сверхпроводящий 20-полюсный вигглер с магнитным полем 3.5 Тл и периодом 90 мм был создан в ИЯФ СО РАН и установлен на накопитель ВЭПП-3 в 1979 году [1]. Начиная с 1995 года, в ИЯФ СО РАН было создано более 30 различных сверхпроводящих вставных устройств для ведущих зарубежных и российских центров синхротронного излучения, таких как LSU-CAMD (США), BESSY-II (Германия), ELETTRA (Италия), CLS (Канада), DLS (Великобритания), LCLS (Бразилия), ALBA (Испания), AS

(Австралия), ANKA (Германия) и Курчатовский источник СИ (Москва) [2]. На Рис. 4. представлена карта поставок сверхпроводящих вигглеров, созданных в ИЯФ СО РАН, в различные мировые центры синхротронного излучения.

Каждое из этих устройств было оптимизировано под свою исследовательскую задачу с учётом особенностей конкретного источника СИ и используются там в настоящее время в качестве основных устройств для генерации излучения в широком спектральном диапазоне с целью проведения различных экспериментов по исследованию структуры вещества. Таким образом, можно утверждать, что ИЯФ СО РАН общепризнанно занимает сегодня лидирующие позиции в мире в области создания сверхпроводящих вставных устройств для генерации синхротронного излучения.

При создании практически каждого из этих устройств возникало множество научных, технических и технологических проблем, которые на момент разработки ещё не имели готового решения. Поэтому поиск таких решений приводил к очередному шагу в развитии криомагнитных систем. Важно отметить, что каждое из такого рода устройств было создано на основе контракта, заключённого на условиях свободной конкуренции с мировыми производителями подобной продукции из Германии, Англии

и США. Учитывая техническую сложность и высокую стоимость такого оборудования (средняя цена которого составляет около 1 млн. долларов), при его создании всегда присутствовал технический риск не достигнуть требуемых параметров. Однако использование дополнительных финансовых возможностей, даваемых ведением контрактной деятельности, позволило проверять на практике новые, зачастую рискованные технические решения. Благодаря этому были созданы устройства с рекордными и никем пока не продемонстрированными параметрами, а также наработаны уникальные компетенции, позволяющие ИЯФ СО РАН занимать лидирующие позиции на мировом рынке. Соответственно, можно сделать вывод, что при создании сверхпроводящих вставных устройств, теперь уже для отечественного источника СИ СКИФ последнего поколения 4+, будут использованы все лучшие мировые наработки и технологические достижения в этой области, что обеспечит рекордные параметры синхротронного излучения для проведения экспериментов.

Криогенная система

Для работы сверхпроводящего магнита его необходимо поместить в специальный криостат, обеспечивающий температуру жидкого гелия на обмотках, которые изготовлены из сверхпроводящего провода. Так как источники синхротронного излучения предназначены для работы в непрерывном режиме, то любые остановки для профилактических работ планируются на них заранее за несколько месяцев вперёд. Более того, эффективность работы такого источника с точки зрения экономических затрат напрямую зависит от времени его непрерывной работы. Поэтому криостаты, предназначенные для работы на ускорителях заряженных частиц, должны обеспечивать криогенную температуру на сверхпроводящих обмотках, работая автономно в течение длительного времени.

Очевидно, что при таких жёстких требованиях величина расхода жидких хладагентов (гелия и азота) в криостате, работающем непосредственно на накопителе, существенно влияет не только на удобство эксплуатации, но и на саму возможность его использования. Дозаправка испарённых хладагентов требует, как минимум, длинных трасс для транспортировки гелия и азота в криостат, а как максимум, непосредственного доступа к криостату, находящемуся внутри биологической радиационной защиты накопителя. Трассы для дистанционной заливки

гелия в криостат представляют собой сложные технические изделия, включающие в себя вакуумированный объем с тепловыми экранами. Длина такой трассы ограничивается не только стоимостью, но и высокими тепловыми потерями на испарение гелия. К началу 2000-х годов типичный расход гелия в криостатах традиционной конструкции был примерно одинаковым во всем мире и составлял в лучшем случае не менее 2 л/час. При такой скорости испарения, даже увеличивая объем с жидким гелием до 300–400 литров, не удавалось продлить срок непрерывной работы криостатов без заливки гелия более, чем на одну неделю. Такой расход становился абсолютно неприемлемым с точки зрения эффективной работы накопителей, так как дозаправка гелием требовала сброса электронного пучка, остановки работы всех основных систем накопителя и открывания биозащиты. Повторное же включение накопителя и особенно вывод его на рабочий режим требовали значительного времени, в том числе из-за длительного прогрева элементов инжектора и магнитной системы. Поэтому задача снижения расхода жидкого гелия до приемлемых значений, позволяющих непрерывную эксплуатацию сверхпроводящих вставных устройств, по крайней мере, в течение нескольких месяцев, становилась на начало 2000-х годов более чем актуальной.

Для решения актуальной задачи в конструкцию криогенной системы каждого из сверхпроводящих вигглеров, которые создавались в ИЯФ СО РАН для различных мировых центров СИ, вносились постоянные изменения для проверки новых идей и технических решений, направленных на сокращение расхода жидкого гелия. В частности, для охлаждения тепловых экранов вместо жидкого азота стали использоваться ставшие к тому времени коммерчески доступными криокулеры, работающие по циклу Гиффора — Макмагона. Далее была коренным образом переработана сама концепция работы криостата традиционной конструкции. В частности, вместо того, чтобы совершенствовать методы реконденсации уже испарённого гелия, была предложена модель, в которой все притоки тепла в криостат снаружи, а также джоулево тепло, выделяющееся внутри криостата от протекания тока, а также тепло, наводимое на стенках вакуумной камеры от пролёта электронного пучка, заранее перехватывалось на соответствующие ступени криокулеров с температурами 4 К, 20 К и 60 К. Одним из критических узлов криостата, дающий основной приток тепла, испаряющего жидкий гелий, обычно является узел ввода тока в обмотки сверхпроводя-

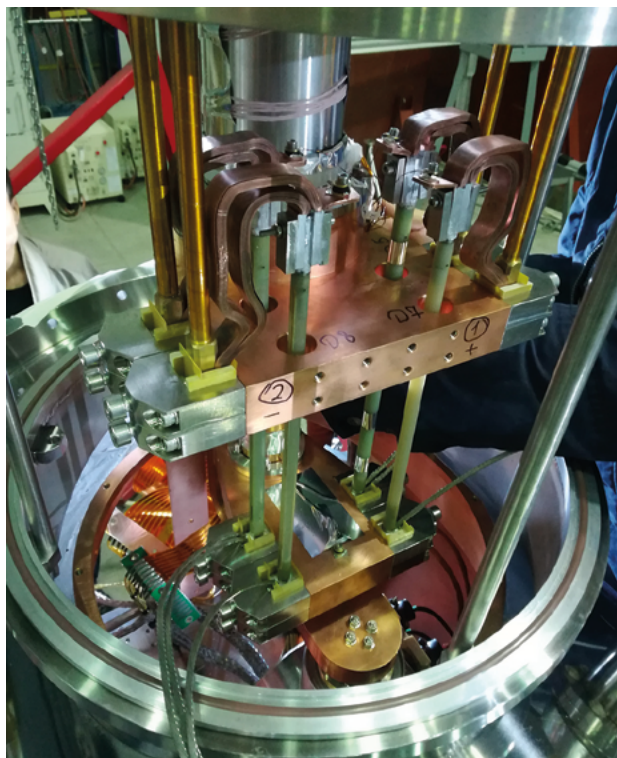


Рис. 5. Внешний вид узла ввода тока в криостат косвенного охлаждения

щего магнита. Традиционно конструкция этого узла оптимизируется таким образом, чтобы джоулево тепло, выделяемое в токовых вводах при протекании тока, снималось с них потоком испарённого этим же током газообразного гелия, выходящего из криостата. В ИЯФ СО РАН была впервые разработана оригинальная конструкция узла ввода тока, в которой тепло, выделяемое на токовводах перехватывалось непосредственно на ступени криокулеров, что позволило запитывать сверхпроводящие магниты током величиной более 1000 А, практически не испаряя при этом жидкий гелий в криостате. Внешний вид такого узла ввода тока представлен на Рис. 5.

В предложенной новой концепции криогенной системы появилась возможность перекрыть все каналы поступления тепла в криостат и полностью предотвратить испарение жидкого гелия. Разработанная по такой схеме конструкция криогенной системы позволила не только работать без потери жидкого гелия, но даже получать пониженное относительно наружной атмосферы давление внутри криостата, что сопровождалось одновременно и снижением рабочей температуры магнита с 4,2 К до ~3 К. Соответствующее понижение температуры дало возможность

также повысить и уровень магнитного поля благодаря повышению критических параметров сверхпроводящего провода.

Ещё одним критически важным узлом криостата является вакуумная камера для пролёта электронного пучка, которая должна иметь конструкцию, изолирующую криогенную систему от дополнительной тепловой нагрузки, вызванной нагревом со стороны электронного пучка. Традиционно используемая в таких случаях нержавеющая вакуумная камера, которая имеет комнатную температуру, окружена тепловым экраном в виде медной камеры, охлаждаемой до температуры жидкого азота 78 К. Затем эти две камеры вставляются внутрь другой нержавеющей камеры, находящейся уже в межполюсном зазоре сверхпроводящего магнита. Эта нержавеющая камера уже имеет температуру 4 К, так как является стенкой сосуда с жидким гелием, в который и помещен сверхпроводящий магнит. Такая сложная конструкция имеет большой размер, который не позволяет сблизить между собой магнитные полюса для увеличения уровня магнитного поля. Поэтому удаление из магнитного зазора каких-либо элементов даёт возможность сблизить магнитные полюса и значительно увеличить уровень магнитного поля, улучшив характеристики сверхпроводящих вставных устройств для проведения экспериментов.

В качестве первого шага, позволившего значительно увеличить уровень магнитного поля, из магнитного зазора была удалена вакуумная камера с комнатной температурой, и ее функции были перенесены непосредственно на камеру, являющуюся стенкой гелиевого сосуда. Теперь тепловая нагрузка на жидкий гелий от нагрева электронным пучком перехватывалась только оставшейся медной камерой, так называемым лайнером, которая охлаждалась ступенями криокулеров до температуры 20 К. При этом сам сверхпроводящий магнит продолжал находиться в сосуде с жидким гелием. Целое семейство сверхпроводящих вигглеров такой конструкции, основанной на охлаждении магнита в жидком гелии и вакуумной камере, изолированной от электронного пучка медным лайнером, было создано в ИЯФ СО РАН и до сих пор успешно используется для генерации СИ во многих мировых центрах СИ [3].

Следующим важным этапом в развитии криомагнитных систем, разрабатываемых в ИЯФ СО РАН, стало создание криостата, основанного на принципе косвенного (непрямого) охлаждения.

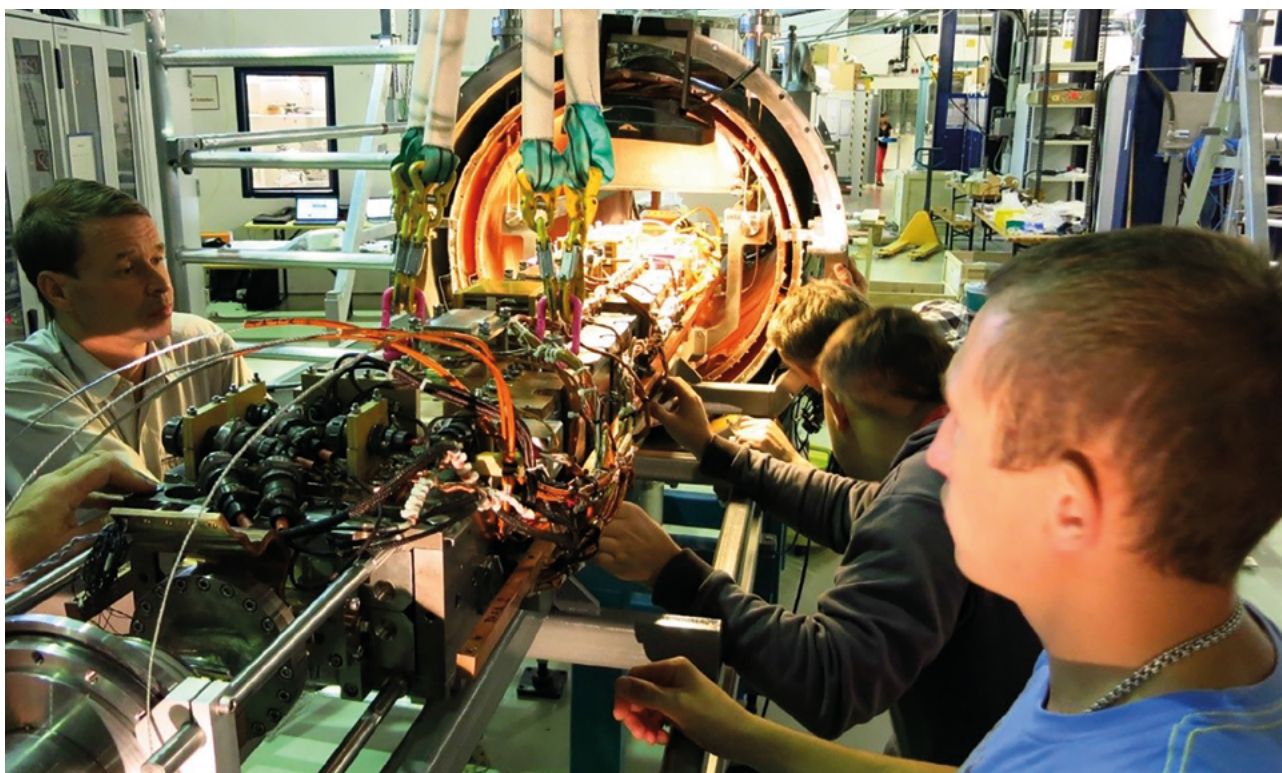
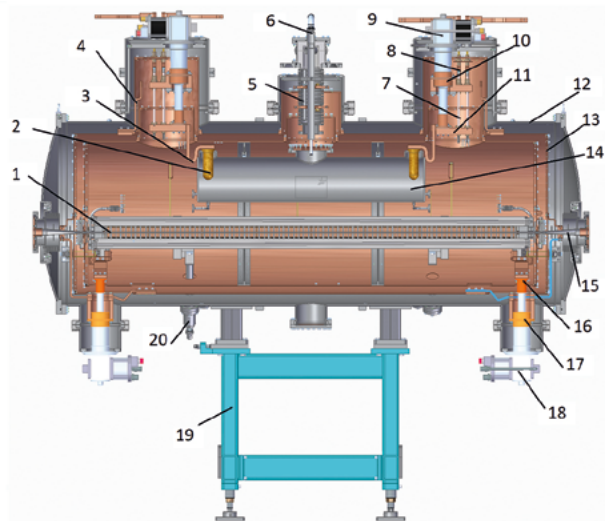


Рис. 6. Сотрудники ИЯФ СО РАН производят сборку вигглера косвенного охлаждения в г. Карслруэ, Германия

Было предложено разместить «сухой» сверхпроводящий магнит в защитном вакууме криостата и охлаждать его не погружением в жидкий гелий, а либо контактным способом через медные теплопроводы, отводящими тепло на ступени криокулеров, либо жидким гелием, но уже циркулирующим по каналам, просверленным в самом магните. Сосуд с жидким гелием, имеющий при этом объем всего несколько десятков литров, размещается теперь отдельно от магнита в защитном вакууме криостата. Такая компоновка с помещением сверхпроводящего магнита непосредственно в защитном вакууме криостата позволила избавиться ещё от одного элемента внутри магнитного зазора — вакуумной камеры гелиевого сосуда и, уменьшив магнитный зазор, ещё больше повысить уровень магнитного поля. Теперь внутри магнитного зазора размещалась только вакуумная камера для пролёта пучка, охлаждаемая с обоих концов 20 К ступенями криокулеров, которая защищала сверхпроводящие обмотки магнита от нагрева. Первый в мире сверхпроводящий вигглер такой конструкции был создан в ИЯФ СО РАН в качестве прототипа вигглера-затухателя для проектируемого коллайдера CLIC [4]. Процесс сборки первого в мире вигглера с косвенным охлаждением представлен на Рис. 6.

При создании вигглера с косвенным охлаждением было найдено оригинальное техническое решение для ускорения процесса первичного охлаждения «сухого» сверхпроводящего магнита. Дело в том, что при отсутствии жидких хладагентов тепло от магнита может отводиться только на ступени криокулеров. Мощность ступеней криокулеров с самой низкой температурой составляет всего 1.5 Вт, что вполне достаточно для поддержания температуры уже холодного магнита на уровне 4.2 К. Однако такой мощности недостаточно для начального охлаждения магнита, имеющего комнатную температуру. Использование для первичного охлаждения более мощных ступеней криокулеров, имеющих мощность 50 Вт при температуре 60 К, напрямую невозможно, так как при температуре ниже 60К криокулер уже становится нагревателем для магнита и не позволит ему охладиться для более низких температур. Для решения этой проблемы был предложен оригинальный способ предварительного захлаживания с помощью термосифонных азотных тепловых трубок, соединяющих магнит с 60 К ступенями криокулеров, что позволило эффективно отводить тепловую мощность от магнита. При достижении магнитом температуры ~64 К азот в трубках превращался в лёд, и теплообмен ав-



- | | |
|------------------------------|-------------------------------|
| 1 — Магнит | 11 — Ступень 4К |
| 2 — Теплообменник 4К | 12 — Вакуумный корпус |
| 3 — Тепловод 4К | 13 — Экран 60К |
| 4 — Тепловод 60 К | 14 — Гелиевый сосуд |
| 5 — Горловина | 15 — Вакуумная камера |
| 6 — Заливная трубка | 16 — Ступень 20К |
| 7 — ВТСП токоввод | 17 — Ступень 60К |
| 8 — Латунный токоввод | 18 — SRDK-408 |
| 9 — SRDK-415 | 19 — Подставка |
| 10 — Ступень 60К | 20 — Транспортный упор |

Рис. 7. Конструкция криостата сверхпроводящего вигглера на основе косвенного охлаждения



Рис. 8. Внешний вид двух сверхпроводящих вигглеров косвенного охлаждения, созданных ИЯФ СО РАН для Курчатовского источника СИ (г. Москва)

томатически прекращался. Дальнейшее охлаждение магнита происходило уже за счёт циркуляции гелия. Уникальной особенностью криостата с косвенным охлаждением, разработанного в ИЯФ СО РАН, является полный отказ от необходимости использовать жидкий гелий при выведении криостата на рабочий режим. Для первичного охлаждения используется только газообразный гелий, который подаётся в криостат из баллона с сжатым гелием через редуктор. По мере понижения температуры плотность гелия в криостате увеличивается, и по достижению соответствующей температуры начинается ожидение и набор рабочего уровня гелия в сосуде. Такая схема позволила охладить магнит массой около 1 т до рабочих температур не более, чем за 5 дней. После захлаживания криогенная система позволяет работать в таком режиме автономно внутри биозащиты накопителя в течение нескольких лет. Конструкция криостата на основе косвенного охлаждения, созданных ИЯФ СО РАН в 2019 году для Курчатовского источника СИ (г. Москва), представлен на Рис. 8 [5].

Магнитная система

Параметры магнитных систем сверхпроводящих вигглеров, создаваемых в ИЯФ СО РАН, являются на сегодняшний день рекордными с точки зрения достижения максимального уровня магнитного поля при минимальном периоде, приближаются к физическому и техническому пределу, и никем в мире пока не были продемонстрированы. Этого результата удалось достичь благодаря непрерывному совершенствованию магнитных систем и комплексному подходу при их разработке. Так, величина межполюсного магнитного зазора была уменьшена практически, до технологического предела, а совершенствование криогенной системы позволило значительно повысить критические параметры сверхпроводящего провода благодаря понижению рабочей температуры магнита. Критические параметры используемого сверхпроводящего провода отечественного производства не имеют аналогов в мире. Стоит отметить, что используемый при изготовлении обмоток магнитов уникальный сверхпроводящий ниобий-титановый провод с лучшими в мире параметрами производится по заказу ИЯФ СО РАН на отечественном предприятии ВНИИНМ им. А. А. Бочвара, входящем в структуру «Росатом».

Использование сверхпроводящих технологий даёт возможность получать более высокий уровень магнитного поля при минимальном периоде магнитной структуры по сравнению с аналогичными устройствами на постоянных магнитах, что позволяет разместить на доступной длине прямолинейного промежутка накопителя большее число электромагнитных полюсов для увеличения интенсивности генерируемого излучения. Интенсивность излучения из вигглеров возрастает пропорционально количеству полюсов, а для ондуляторов эта характеристика растёт квадратично. В первой очереди строительства источника СКИФ планируется создать пять экспериментальных станций, основанных на излучении из сверхпроводящих вставных устройств, в том числе 2 вигглера и 3 ондулятора. Магнитные параметры каждого из этих устройств были оптимизированы для выполнения конкретных пользовательских задач [6].

Для проведения экспериментов на синхротронном излучении в высокоэнергичном рентгеновском диапазоне (до ~150 кэВ) выгодно использовать многополюсные вигглеры с высоким уровнем поля. В этом случае траектория пучка электронов отклоняется на углы много большие, чем угол естественного расхождения фотонного пучка $1/\gamma$ (где γ — релятивистский фактор). Фотоны, генерируемые такими вставными устройствами, имеют широкий спектр и дают возможность засвечивать большую геометрическую область образца. Однако в этом случае необходимо выделять из широкого непрерывного спектра излучения большой мощности тот спектральный диапазон, который требуется для эксперимента, используя средства рентгеновской оптики, а значительную часть неиспользуемой мощности приходится поглощать оптическими элементами канала вывода излучения.

При разработке экспериментальной станции 1-3 «Быстропротекающие процессы», предназначенной для получения «рентгеновского кино» при исследовании материалов в условиях импульсных ударных нагрузок с характерными масштабами времени от пикосекунд до миллисекунд, потребовалось устройство, обеспечивающее генерацию максимального количества фотонов на один электронный сгусток в широком спектральном диапазоне от 20 кэВ до 70 кэВ. В этом случае было оправдано использование именно вигглера, поскольку создание ондулятора, генерирующего излучение на высоких гармониках с энергией квантов до 70 кэВ, в настоящее время технически недоступно. В качестве вставного устройства, оптимального для заданной энергии и имеющего

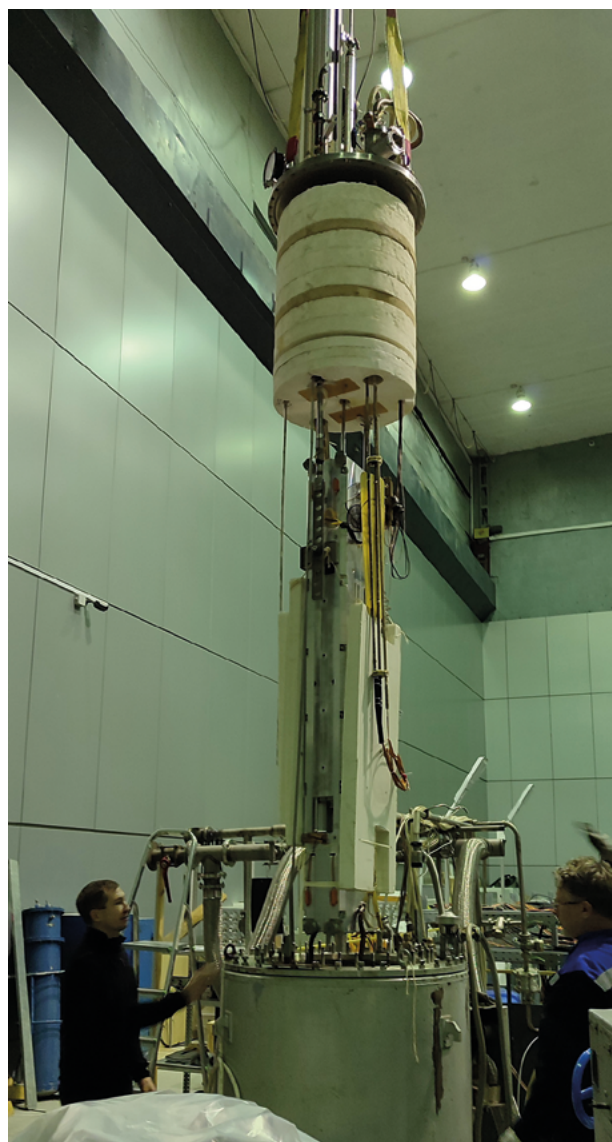


Рис. 9. Конструкция криостата сверхпроводящего вигглера на основе косвенного охлаждения

широкий пучок для решения задач радиографии, был разработан сверхпроводящий 152-полюсный вигглер с периодом 27 мм и магнитным полем 2.7 Тл. Полная мощность излучения, генерируемого в горизонтальный угол ± 1.2 мрад, была ограничена величиной ~35 кВт для защиты элементов канала вывода излучения от высокой тепловой нагрузки. Параметры этого устройства являются на сегодняшний день рекордными с точки зрения достижения максимально возможного уровня поля при минимальной величине периода. Ближайшим по этим параметрам является 119-полюсный сверхпроводящий вигглер с полем 2.1 Тл и периодом 30 мм, установленный на накопителе ALBA [7]. На Рис. 9 показан про-



Рис. 10. Процесс сборки магнитной системы сверхпроводящего вигглера с полем 4.5 Тл для СКИФ

цесс погружения сверхпроводящего магнита для станции СКИФ 1–3 в специальный криостат для проведения предварительных силовых испытаний и измерений магнитного поля в жидком гелии. Надо отметить, что вся деятельность в такой затратной и высокотехнологичной области, как разработка и изготовление сверхпроводящих магнитных устройств, была бы практически невозможной без непрерывной поставки больших объёмов жидкого гелия, который обеспечивается надёжной и бесперебойной работой Криогенной станции ИЯФ СО РАН. Технологически сложное оборудование Криогенной станции по ожигению жидкого гелия не только поддерживается в рабочем состоянии, но и постоянно модернизируется с использованием ресурсов отечественной промышленности.

Экспериментальная станция 1–5, называемая «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне», предназначена для исследования образцов в области материаловедения, геологии, археологии и биомедицины методами рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного анализа в жёстком диапазоне фотонов. Основные параметры магнитной структуры вигглера были оптимизированы для получения максимально возможного потока фотонов в требуемом диапазоне энергий от 25 до 150 кэВ. Так как основной вклад в тепловую нагрузку на эле-

менты рентгеновской оптики даёт поглощение мягкой части спектра, а жёсткость спектра пропорциональна величине магнитного поля, то спектр излучения был сдвинут в жёсткую область за счёт получения максимально возможного уровня магнитного поля. При минимальном технологически возможном магнитном зазоре величиной 7 мм, который ограничивается условиями динамики электронного пучка по вертикальной апертуре вакуумной камеры 5 мм, оптимальный уровень магнитного поля составил 4.5 Тл при периоде 48 мм, а число основных периодов равно 18. Дополнительным условием было ограничение мощности излучения на уровне ~35 кВт во избежание теплового разрушения алмазных окон канала вывода излучения. При этом полная мощность излучения генерируется в горизонтальный угол ± 3.5 мрад. Полноразмерная 40-полюсная магнитная система вигглера была успешно испытана в криостате с жидким гелием, где в процессе тренировки было достигнуто требуемое рабочее поле величиной 4.5 Тл. На Рис. 10 представлен процесс сборки магнитной системы вигглера перед проведением испытаний.

Отличие магнитной структуры ондулятора от вигглера состоит в том, что в ондуляторе траектория электронного пучка отклоняется на малые углы, сравнимые с углом естественного расхождения пучка фотонов $1/\gamma$, в результате

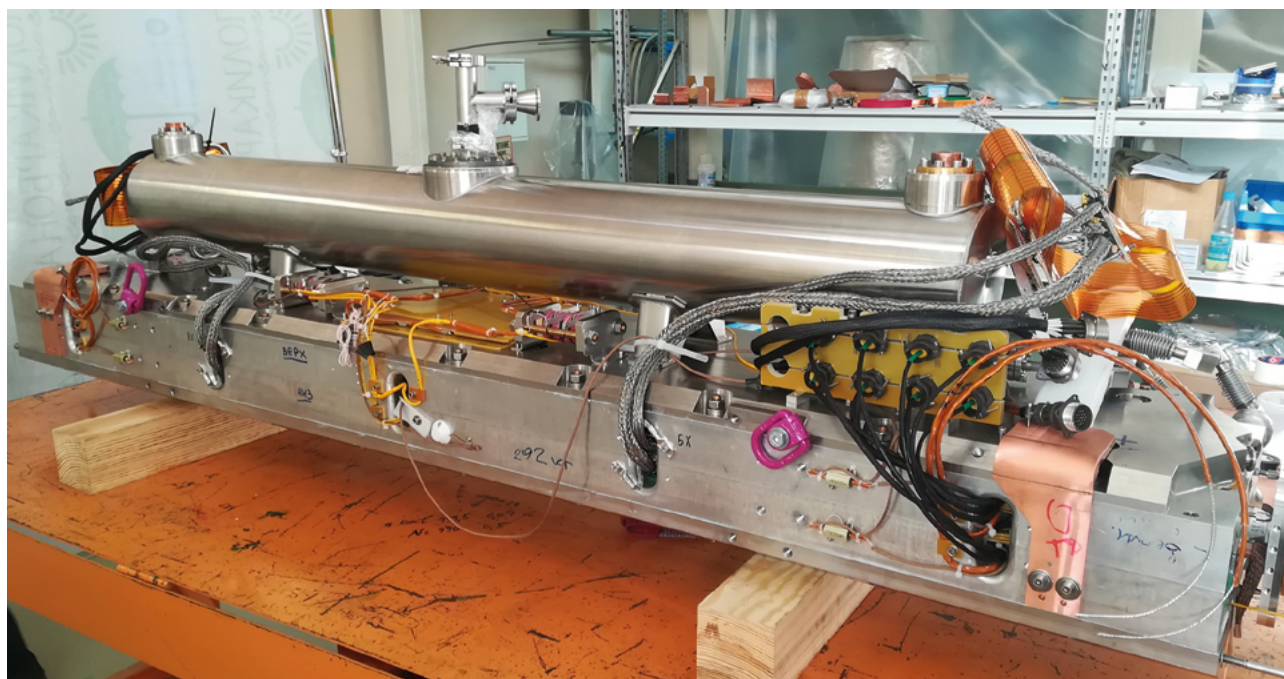


Рис. 11. Магнитная система сверхпроводящего ондулятора для СКИФ

чего возникает интерференция излучения из всех полюсов, что приводит к дискретному спектру ондуляторного излучения в виде гармоник. Создание источника синхротронного излучения четвёртого поколения СКИФ со сверхмалым горизонтальным эмиттансом (~ 75 пм·рад), который приближается к дифракционному пределу в наиболее востребованном энергетическом диапазоне фотонов, даёт возможность создания когерентных пучков фотонов высокой яркости с энергией в десятки кэВ. Такие пучки могут генерироваться с помощью многополюсных сверхпроводящих ондуляторов с коротким периодом ~ 15 – 18 мм, магнитным полем на орбите ~ 1.2 – 1.6 Тл. Критерием качества ондулятора является величина среднеквадратичной фазовой ошибки, которая характеризует отличие магнитного поля реального ондулятора от идеального синусоидального поля и не должна превышать величину ~ 3 градуса. На современных накопителях с малым эмиттансом и энергетическим разбросом значение этого параметра особенно возрастает, так как большая величина фазовой ошибки будет ограничивать яркость излучения на высоких гармониках и не позволит в полной мере использовать возможности накопителя. Внешний вид магнитной системы одного из сверхпроводящих ондуляторов для накопителя СКИФ представлен на Рис. 11.

Для генерации излучения на экспериментальных станциях «Микрофокус» (1–1) и «Структурная диагностика» (1–2), предназначенных для исследований широкого спектра задач методами микроскопии и рентгеновской дифракции, будут использоваться два одинаковых сверхпроводящих ондулятора с периодом 15.6 мм и полем 1.25 Тл. Для проведения экспериментов необходимы высокие гармоники ондуляторного излучения с энергией фотонов вплоть до 35 кэВ. Это налагает особо жёсткие требования на минимизацию величины фазовой ошибки, которая возрастает с увеличением разницы в амплитудах поля между полюсами, а также с нестабильностью величины периода на длине ондулятора. Разброс геометрических размеров магнитных полюсов по оценкам не должен превышать 10 – 20 мкм. В создаваемых в ИЯФ СО РАН сверхпроводящих ондуляторах для накопителя СКИФ был впервые предложен и опробован метод подавления фазовой ошибки, основанный на запитке отдельных групп полюсов независимыми корректирующими источниками тока на уровне $\sim 1\%$ от основного тока величиной ~ 500 А. Корректирующие токи вводились в обмотки ондулятора через специальные комбинированные токовводы, состоящие из последовательно соединённой медной проволоки, оптимизированной на протекание тока до ~ 5 А, ВТПС ленты и Nb-Ti проволоки. Места соединения всех участков комбинирован-

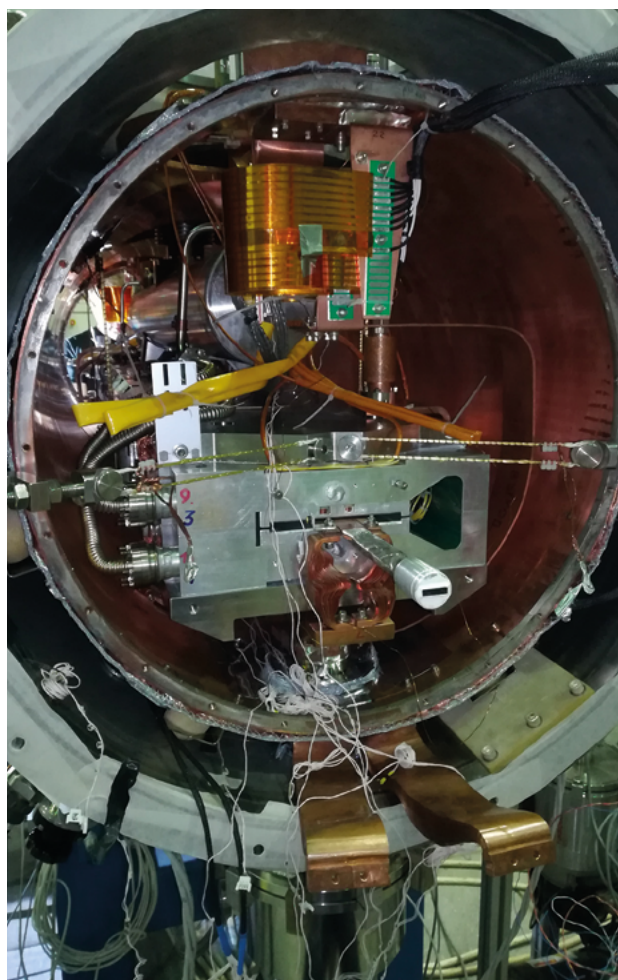


Рис. 12. Сборка узла ВТСП тоководов для коррекции фазовой ошибки ондулятора

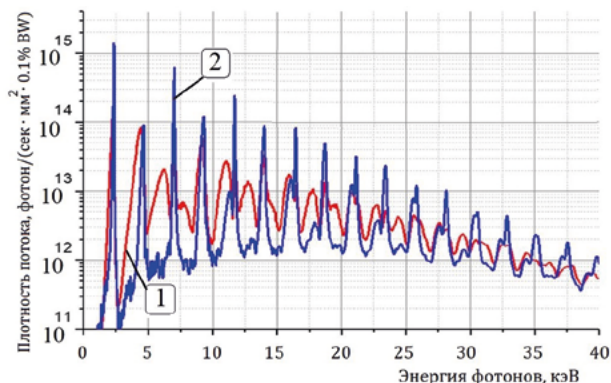


Рис. 11. Спектры излучения нескорректированного (1) и скорректированного магнитного поля (2) ондулятора СКИФ (энергия электронного пучка 3 ГэВ, ток 0.4 А и эмиттанс 75 пм·рад)

ных тоководов между собой охлаждались через изолированные теплоперехваты на соответствующие ступени криокулеров с температурами 60 К, 20 К и 4 К. Внешний вид криостата с комбинированными ВТСП тоководами для коррекции фазовой ошибки представлен на Рис. 12.

Независимая запитка каждой группы катушек дала возможность подобрать соотношение токов, позволившее одновременно скорректировать уровень магнитного поля и орбиту пучка на всей длине ондулятора. В результате коррекции величина интегральной фазовой ошибки, вычисленной на основе измерений магнитного поля вдоль ондулятора, составила 2.9 градуса, а локальная фазовая ошибка снизилась до 1.9 градуса. На Рис. 13 представлены спектры излучения для нескорректированного и скорректированного магнитного поля ондулятора для энергии электронного пучка 3 ГэВ, тока 0.4 А и эмиттанса 75 пм·рад, из которых видно, что спектральные пики излучения после коррекции магнитного поля значительно выросли на всех гармониках [8].

Использование данного подхода даст возможность генерировать высокоинтенсивное синхротронное излучение на высоких гармониках ондуляторов и тем самым позволит максимально эффективно использовать возможности, предоставляемые накопителем СКИФ для проведения экспериментов. Внешний вид сверхпроводящего ондулятора в криостате косвенного охлаждения представлен на Рис. 14.

Заключение

Таким образом, основными устройствами для генерации синхротронного излучения на источнике СИ четвертого поколения СКИФ станут сверхпроводящие вигглеры и ондуляторы с рекордными параметрами, создаваемые в ИЯФ СО РАН, которые обеспечат требуемые спектральные характеристики для решения широкого круга исследовательских задач.

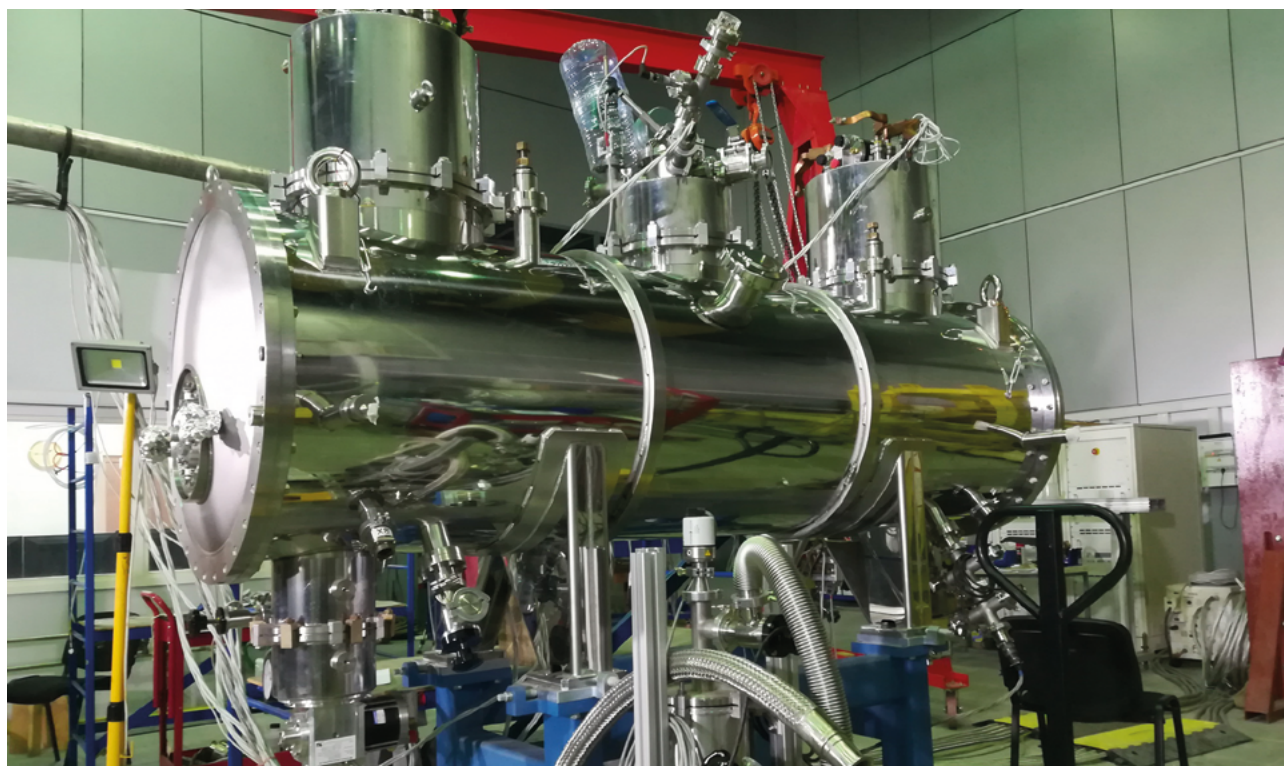


Рис. 14. Внешний вид сверхпроводящего ондулятора в криостате косвенного охлаждения

Литература

1. A. S. Artamonov, L. M. Barkov, V. B. Baryshev, N. S. Bashtovoy, N. A. Vinokurov, E. S. Gluskin, G. A. Korniyukhin, G. N. Kulipanov, N. A. Mezentsev, V. F. Pindiurin, A. N. Skrinsky and V. M. Khorev. First results on the work with a superconducting 'snake' at the VEPP-3 storage ring // *NIM*, 1980, V.177, N 1, P. 239–246. ([https://doi.org/10.1016/0029-554X\(80\)90556-X](https://doi.org/10.1016/0029-554X(80)90556-X))
2. Gluskin, E., Mezentsev, N. (2019). Superconducting Wigglers and Undulators. In: Jaeschke, E., Khan, S., Schneider, J., Hastings, J. (eds) *Synchrotron Light Sources and Free-Electron Lasers*. Springer, Cham. (https://doi.org/10.1007/978-3-319-04507-8_61-1)
3. V. A. Shkaruba, A. V. Bragin, A. A. Volkov, A. I. Erokhin, A. V. Zorin, V. Kh. Lev, N. A. Mezentsev, A. N. Safronov, V. M. Syrovatin, O. A. Tarasenko, S. V. Khrushchev, V. M. Tsukanov, Superconducting multipole wigglers for generating synchrotron radiation at the Budker Institute of Nuclear Physics. *Physics of Particles and Nuclei Letters*, 2020, Vol. 17, No. 4, pp. 542–547. (<https://doi.org/10.1134/S1547477120040421>).
4. A. Bragin, Ye. Gusev, S. Khrushchev, N. Mezentsev, V. Shkaruba, V. Syrovatin, O. Tarasenko, V. Tsukanov, A. Volkov, K. Zolotarev, A. Zorin, Superconducting 72-pole indirect cooling 3Tesla wiggler for CLIC dumping ring and ANKA image beamline. *SRF-2016*, // *Physics Procedia* 84 (2016) 54–61. (<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.11.010>).
5. V. Shkaruba, A. Bragin, A. Erokhin, Ye. Gusev, P. Kanonik, S. Khrushchev, V. Lev, N. Mezentsev, A. Safronov, O. Tarasenko, V. Tsukanov, A. Volkov, A. Zorin. Superconducting 3 Tesla 54-pole indirect cooling wigglers with a period of 48 mm for Kurchatov synchrotron radiation source. *AIP Conference Proceedings* 2299, 020005 (2020). <https://doi.org/10.1063/5.0030432>
6. В. А. Шкаруба, А. В. Брагин, А. А. Волков, А. И. Ерохин, А. В. Зорин, Ф. П. Казанцев, П. В. Каноник, Н. А. Мезенцев, А. Н. Сафронов, А. А. Седов, О. А. Тарасенко, С. В. Хрущев, В. М. Цуканова. Сверхпроводящие вигглеры и ондуляторы для генерации синхротронного излучения на накопителе СКИФ. *Письма в журнал «Физика элементарных частиц и атомного ядра»*, 2023. Т. 20, № 4(249), с. 999–1005. (http://www1.jinr.ru/Pepan_letters/panl_2023_4/60_shkaruba.pdf)
7. Volkov, A.A., Lev, V.K., Mezentsev, N.A. et al. Superconducting 119-pole wiggler with a 2.1-T field and 30-mm period length for the ALBA storage ring. *J. Surf. Investig.* 6, 379–387 (2012). (<https://doi.org/10.1134/S1027451012050199>).
8. Shkaruba, V.A., Bragin, A.V., Volkov, A.A. et al. Superconducting Undulator with a Period of 15.6 mm and Magnetic Field of 1.2 T. *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* 87, 552–558 (2023). (<https://doi.org/10.3103/S1062873822701830>).

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет»

630073, г. Новосибирск, пр. Карла Маркса, 20



Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1

Батаев Иван Анатольевич

доктор технических наук, профессор кафедры технологии машиностроения, заведующий научно-исследовательской лабораторией физико-химических технологий и функциональных материалов

тел.: (383) 346-06-12, i.bataev@corp.nstu.ru

Эмурлаев Кемал Исметович

кандидат технических наук, старший преподаватель кафедры материаловедения в машиностроении, младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, младший научный сотрудник отдела синхротронных исследований

тел.: (383) 346-06-12, emurlaev@corp.nstu.ru



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский государственный университет водного транспорта»

630099, г. Новосибирск, ул. Щетинкина, 33

Довженко Глеб Денисович

кандидат технических наук, ассистент кафедры материаловедения в машиностроении, научный сотрудник отдела синхротронных исследований

тел.: (383) 346-06-12, kaf_mm@corp.nstu.ru

Батаева Зинаида Борисовна

кандидат технических наук, доцент кафедры теории корабля, судостроения и технологии материалов

тел.: +7-913-913-29-56, bataevazinaida@yandex.ru

Насенник Игорь Евгеньевич

младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, младший научный сотрудник отдела синхротронных исследований

моб. тел.: +7-953-760-08-70, раб. тел.: (383) 346-06-12, nasennik.2017@corp.nstu.ru

Конструкционные материалы — стали и чугуны, сплавы на основе алюминия, меди, титана, а также другие цветные сплавы — являются одними из наиболее востребованных материалов,

широко используемых в различных отраслях промышленного производства. При изучении их строения применяется множество различных методов, направленных, в первую оче-

редь, на анализ элементного и фазового состава, а также зёрненно-субзёрненной структуры. Многие классические и современные методы исследования структуры конструкционных материалов могут быть реализованы с использованием синхротронного рентгеновского излучения, при этом для исследователей интерес представляют как *ex situ*, так и *in situ* подходы.

Рассмотреть всё многообразие методик, связанных с применением синхротронного излучения (СИ) для анализа структуры конструкционных материалов, в рамках одной публикации не представляется возможным. По этой причине в данной работе остановимся лишь на нескольких ярких примерах применения СИ, связанных с дифракцией, радиографией и компьютерной томографией.

Среди десятков методов, реализуемых на современных источниках СИ для исследования конструкционных материалов, наиболее часто используется, вероятно, рентгеновская дифракция. Данный метод широко применяется как для определения фазового состава образцов, так и для оценки структуры материалов с использованием различных методов профильного анализа. Очевидно, что преимуществом СИ по сравнению с излучением, формируемым рентгеновскими трубками, является его высокая интенсивность. Кроме того, дифракционные станции специализированных источников СИ, как правило, оснащены более совершенными монохроматорами и детекторами по сравнению с лабораторными приборами, и по этой причине позволяют получать существенно более ценные (точные) данные. Так, время получения одной дифракционной картины на современных станциях СИ может составлять десятки микросекунд, что позволяет исследовать эволюцию микроструктуры материалов даже при таких быстрых процессах, как сварка, кристаллизация из расплава или трение. Таким образом, наиболее информативными исследованиями, связанными с использованием СИ, являются исследования, проводимые в режиме *in situ*. В частности, коллективом кафедры материаловедения в машиностроении (ММ) Новосибирского государственного технического университета (НГТУ НЭТИ) была реализована методика, позволяющая оценивать изменения структуры в тонких поверхностных слоях металлических заготовок в условиях сухого трения. Данная методика была успешно опробована на источнике ВЭПП-3 (Новосибирск, Россия), а также на источнике ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) (Гренобль, Франция) [1, 2]. Более подробно полученные результаты описаны во второй части данной статьи.

Важнейшим преимуществом источников СИ по сравнению с лабораторными дифрактометрами является также возможность получения фотонов, характеризующихся высокими значениями энергии (вплоть до нескольких сотен кэВ). Благодаря этой особенности появляется возможность проведения дифракционных исследований по схеме «на просвет». В ряде случаев такой подход представляет особый интерес, поскольку при подготовке образцов (например, с использованием резки, шлифования и полирования) поверхностные слои материалов подвергаются существенным структурно-фазовым преобразованиям. При этом исследования, выполняемые в режиме «на отражение», зачастую приводят к получению искаженных представлений о внутреннем строении материалов. Типичным примером, в частности, является исследование структуры аустенитной хромоникелевой стали 12X18H10T, в поверхностном слое которой происходит превращение аустенита в мартенсит даже при использовании «деликатных» методов пробоподготовки. Кроме того, для большинства тестов, применяемых в машиностроении, характерная толщина образцов находится в диапазоне от нескольких миллиметров до единиц сантиметров. По этой причине, метод дифракции с использованием схемы «на просвет» удобно комбинируется с различными стандартными методами анализа механических свойств, например, испытаниями на растяжение, сжатие, трещиностойкость. Такой подход позволяет без существенных доработок использовать на станциях СИ в качестве пользовательских установок серийно выпускаемое испытательное оборудование, например, универсальные машины растяжения.

В качестве примера эффективного применения высокоэнергетического рентгеновского излучения для исследования конструкционных материалов можно привести опыт станции P07 «High Energy Materials Science» источника PETRA III (Гамбург, Германия). В сообществе пользователей данной линии одной из наиболее востребованных установок является дилатометр Bähr DIL 805 A/D, который был модифицирован путём установки на боковые стенки полиамидных окон, практически прозрачных для рентгеновского излучения [3, 4]. Данная установка широко используется при решении задач, связанных с анализом химических реакций и фазовых превращений в процессе нагрева и охлаждения образцов, а также исследованием эволюции их структуры в процессе пластической деформации. Другим достоинством линии P07 является высокая монохроматичность излучения (заяв-

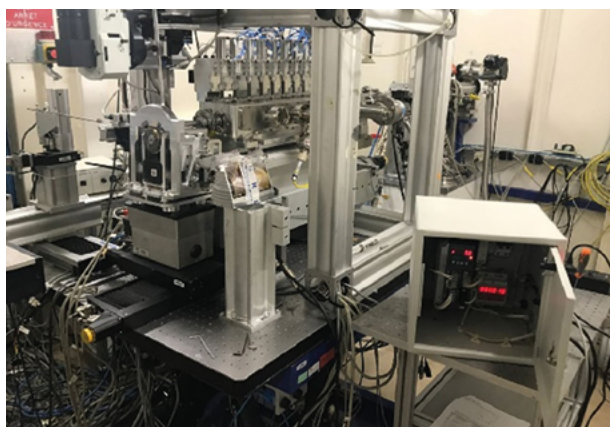
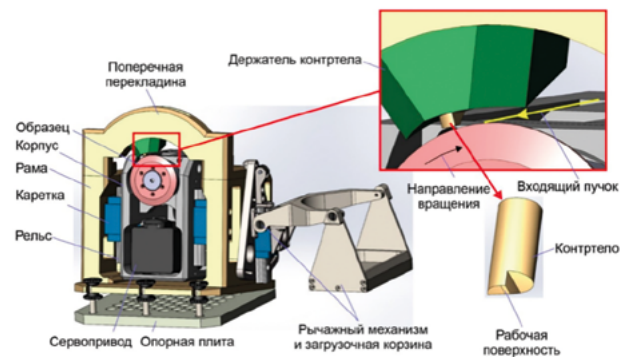


Рис. 1. (а) Схема установки для проведения экспериментов в режиме сухого трения скольжения с одновременным контролем поверхностного слоя материала методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения; (б) фотография установки на станции ID 13 ESRF

ленная разрешающая способность по энергии находится в диапазоне $1 \times 10^{-3} - 7 \times 10^{-5}$, что обусловлено применением двух Лауэ-монокроматоров. Столь высокая монохроматичность идеально подходит для исследования структуры материалов с использованием методов профильного анализа. В частности, к «качеству» используемого излучения весьма чувствительны модифицированные методы Вильямсона-Холла и Уоррена-Авербаха, позволяющие получать информацию о дислокационной структуре материалов [5, 6].

Другим примером высокоэнергетической станции СИ является ID 15A «Materials chemistry and materials engineering» источника ESRF. Установленное на ней оборудование позволяет проводить исследования структуры расплавленных материалов в геометрии «на просвет» с использованием аэродинамической левитации в среде защитных газов. Такой подход дает возможность анализировать особенности изменения ближнего порядка и формирования дальнего во множестве сплавов [7]. Можно отметить, что в настоящее время данный подход успешно реализован на станции 8-A «Жесткая рентгеноскопия» источника ВЭПП-4 (Новосибирск, Россия).

Следует подчеркнуть, что ESRF и PETRA III относятся к так называемым «шестигэвным» источникам СИ. Получить на них высокоэнергетическое излучение, требуемое для работы в режиме «на просвет» (100 кэВ и более), существенно проще, чем на «трёхгэвных» установках. Однако, и на трёхгэвных источниках СИ имеются эффективно работающие станции, генерирующие фотоны высоких энергий.

В качестве примера можно упомянуть станцию I12 «Joint Engineering, Environmental, and Processing (JEEP)» источника Diamond Light Source (DLS) (Чилтон, Великобритания). Генерация высокоэнергетического излучения на ней обеспечивается сверхпроводящим вигглером.

Одна из проблем станций такого типа связана с чрезвычайно высоким тепловыделением [8]. В число критических элементов оборудования входит первое окно, отделяющее вакуумный объём накопительного комплекса от вакуумного объёма станции. Решением данной проблемы является применение алмазных окон, обладающих высокой теплопроводностью [8]. Для снижения тепловой нагрузки на оптические элементы станции могут использоваться фильтры, изготовленные из алмазов, карбида кремния и некоторых других материалов.

Высокоэнергетические линии СИ представляют интерес для проведения исследований не только методом рентгеновской дифракции, но также методами радиографии и компьютерной томографии. С этой точки зрения достаточно широкий пучок высокоэнергетического рентгеновского излучения, формируемый сверхпроводящим вигглером станции I12 JEEP источника DLS, удобен тем, что позволяет освещать и «просвечивать» достаточно крупные образцы. Отмеченный подход широко используется пользователями данной станции для исследования процессов сварки, наплавки, аддитивного производства и кристаллизации самых разнообразных сплавов. Ряд примеров будет представлен ниже.

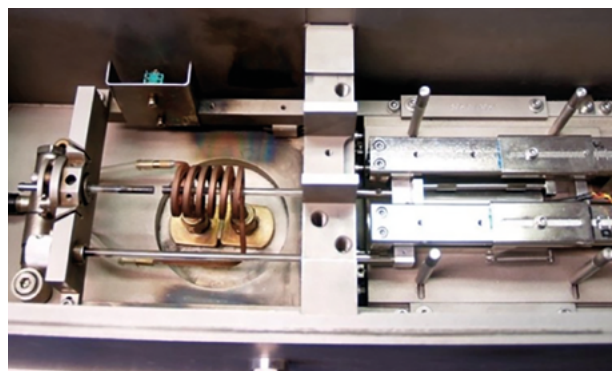
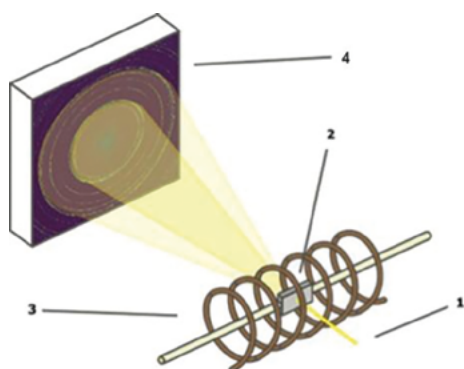


Рис. 2. (а) Схема проведения эксперимента по нагреву образца с одновременным анализом структуры материала методом синхротронной рентгеновской дифракции: 1 – пучок синхротронного рентгеновского излучения, 2 – образец, 3 – индуктор, 4 – дифрактограмма, фиксируемая двухкоординатным детектором. (б) Дилатометр Bähr DIL 805 A/D, установленный на станции P07 источника PETRA III для реализации схемы, представленной на рисунке (а)

Рассмотрим несколько работ, опубликованных в последнее десятилетие, в которых синхротронное излучение было использовано для исследования структуры конструкционных материалов. Одна из таких работ связана с исследованием эволюции поверхностных слоев стальных заготовок в условиях сухого трения. Сотрудниками кафедры материаловедения и машиностроения НГТУ была разработана установка, позволяющая проводить фрикционное нагружение цилиндрических образцов с одновременным анализом поверхностных слоев методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения в геометрии «на отражение» [1, 2]. Схема и фотография оборудования представлены на рисунке 1. С использованием предложенного подхода было показано, что существенное изменение структуры поверхностного слоя начинается уже на начальном этапе взаимодействия образца и контртела. Наиболее значимые структурные преобразования происходят на первых десятках оборотов образца. Наблюдается резкий рост плотности дислокаций, зафиксировано изменение соотношения краевых и винтовых дислокаций, уменьшение размера областей когерентного рассеяния, повышение уровня микроискажений кристаллической решётки, обусловленное повышением плотности дефектов. В процессе трения развиваются фазовые преобразования. Основная часть исследований с использованием данной установки была проведена на станции ID 13 «Microfocus beamline» источника ESRF. Энергия излучения составляла 13,9 кэВ, а проекция пучка на образце $\sim 30 \times 3$ мкм².

В работах [6, 9, 10] с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения и методов профильного анализа оценивался процесс эволюции дислокационной структуры при нагреве деформированных титановых сплавов. Исследования проводились коллективом кафедры материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета на станции P07 источника Petra III. Схема эксперимента представлена на рисунке 2. При проведении исследований были изучены процессы зарождения и аннигиляции дислокаций. В частности, было показано, что начальный этап нагрева деформированных образцов сопровождается небольшим, но, тем не менее, измеримым ростом плотности дислокаций. Данный факт является контринтуитивным, поскольку в соответствии с классическими представлениями снижение внутренней энергии деформированных материалов обеспечивается только путём аннигиляции дислокаций, тогда как зарождение новых дислокаций приводит лишь к её повышению.

В работах [11–14], выполненных в том числе и с участием авторов этой статьи, для изучения процессов синтеза алюминидов титана использовался метод дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Исследования проводились на станции P07 источника Petra III. Исходные порошки засыпались в титановый контейнер, который нагревался индуктором и просвечивался высокоэнергетическим пучком СИ (с энергией 100 кэВ). Для исследования использовалась установка, представленная на рисунке 2. Полученные дифрактограммы фиксировались двухкоординатным детектором Perkin Elmer XRD 1621.

Типичные результаты эксперимента представлены на рисунке 3. С использованием данных такого типа можно легко определить температуры начала и окончания химических реакций, а также фазовых превращений.

На рисунке 4 показаны несколько стадий процесса кристаллизации сплава Al-45 вес.% Cu, зарегистрированные методом высокоскоростной компьютерной томографии [16]. Образец диаметром 1,8 мм и длиной 100 мм подвергался плавлению в специальной установке, позволяющей просвечивать образец в процессе термического воздействия (рисунок 5). Исследования проводились на станции I12 источника DLS с использованием монохроматического пучка с энергией фотонов 53 кэВ. Одна томограмма была получена всего лишь за 5 с, при этом для ее получения требовалось зафиксировать 1000 проекций. Размер вокселя составлял 3,24 мкм³. Полученные результаты использовались авторами для выявления зависимости формы, размеров и особенностей роста кристаллов от условий охлаждения (скорости охлаждения, температурного градиента, наличия и силы магнитного поля). В частности, авторами работы было показано, что применение сильного магнитного поля в процессе охлаждения позволяет существенно измельчить кристаллическую структуру слитка.

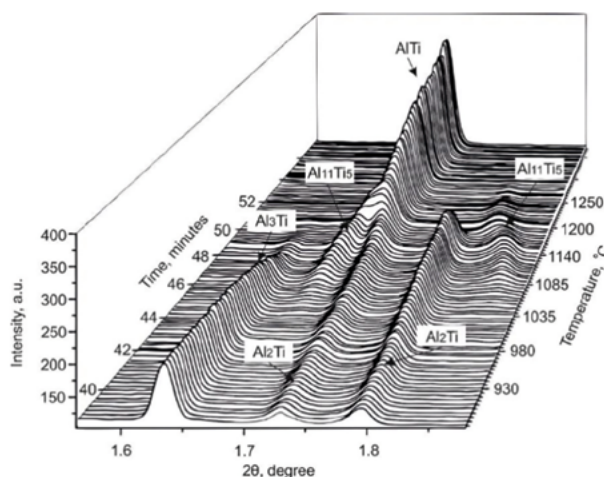


Рис. 3. Набор картин дифракции, полученных при нагреве смеси чистых порошков титана и алюминия, иллюстрирующий процессы формирования и исчезновения алюминидов титана. Изображения воспроизводятся из находящейся в открытом доступе статьи [15] в соответствии с лицензией Creative Commons CC BY

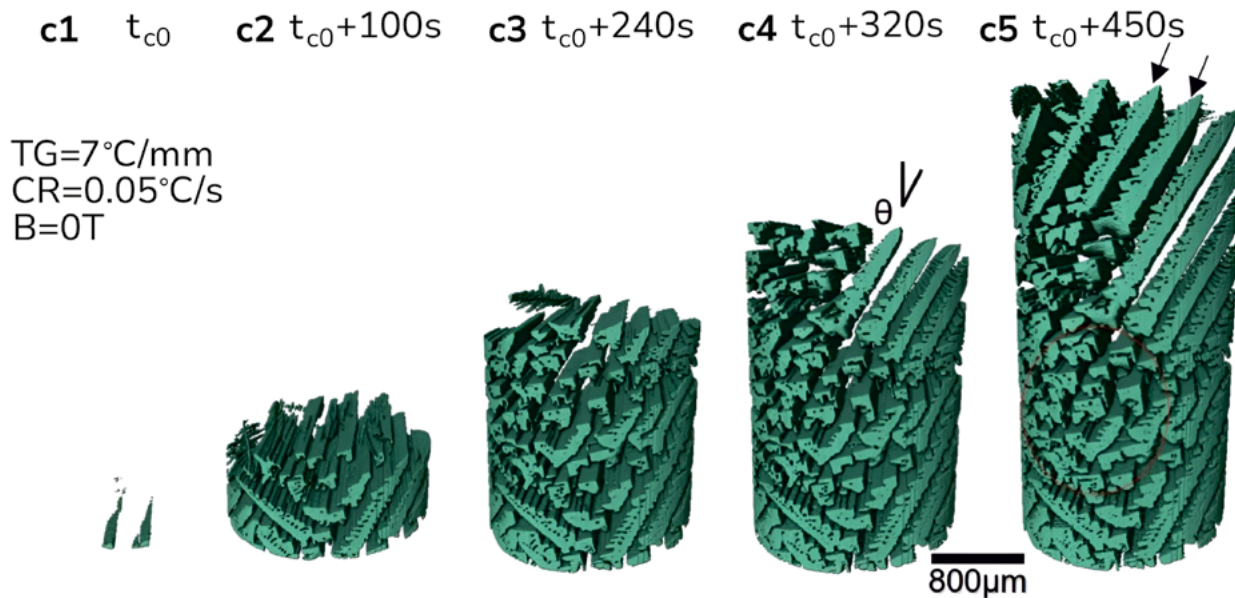


Рис. 4. Процесс зарождения и роста интерметаллидов Al₂Cu в процессе при кристаллизации сплава Al-45 вес. % Cu. Скорость охлаждения 0,05 °C/с, температурный градиент 7 °C/мм. Изображения воспроизводятся из находящейся в открытом доступе статьи [16] в соответствии с лицензией Creative Commons

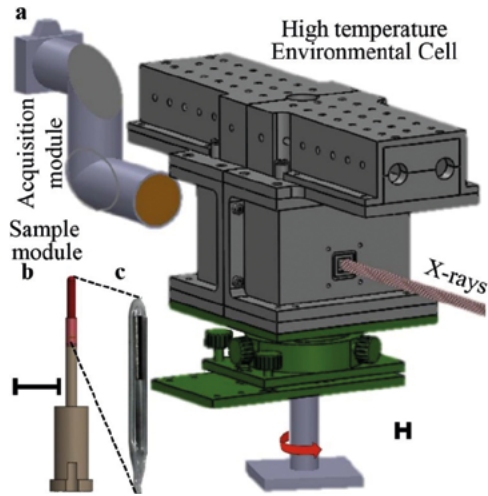


Рис. 5. Установка для исследования процесса кристаллизации сплавов методом высокоскоростной компьютерной томографии, используемая на станции I12 источника DLS. Образец находится в кварцевой ампуле. В процессе кристаллизации ампула с образцом просвечивается высокоэнергетическим пучком синхротронного излучения. Получаемые изображения регистрируются высокоскоростным детектором. Размер масштабной метки равен 20 мм. Изображения воспроизводятся из находящейся в открытом доступе статьи [17] в соответствии с лицензией Creative Commons

Одно из исследований, проведённых на станции I12 источника DLS и представляющих практический интерес, связано с анализом процесса течения расплава при дуговой сварке стали. Работа была опубликована в 2018 году в журнале Nature communications [18]. Схема эксперимента приведена на рисунке 6. Образцы представляли собой стержни диаметром 10 мм и высотой 50 мм, изготовленные из низкоуглеродистой стали либо из хромоникелевой аустенитной нержавеющей стали. В процессе эксперимента центральная часть цилиндра подвергалась кратковременному воздействию электрической дуги с напряжением 10 В и силой тока 125 А. Для визуализации течения металла в ванну расплава добавлялись высококонтрастные частицы вольфрама или тантала. Несмотря на высокую скорость растворения данных элементов в ванне расплава, в течение нескольких секунд их можно было наблюдать и таким образом фиксировать особенности перемешивания. С использованием данного подхода авторы зарегистрировали процессы турбулентного течения жидкости в ванне расплава. При этом были вычислены скорости потоков жидкости и выявлены особенности течения расплава. Подобный подход использовался также в работах [19, 20] для анализа перемешивания расплава в процессе аддитивного производства.

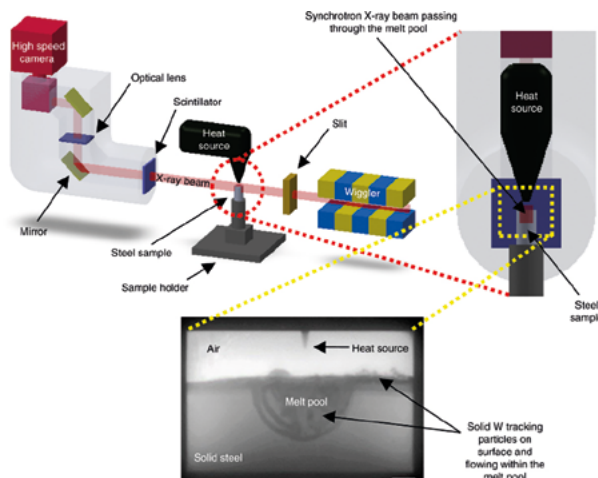


Рис. 6. Схема проведения эксперимента по исследованию перемешивания расплавленного металла в процессе сварки методом радиографии. Изображения воспроизводятся из находящейся в открытом доступе статьи [18] в соответствии с лицензией Creative Commons

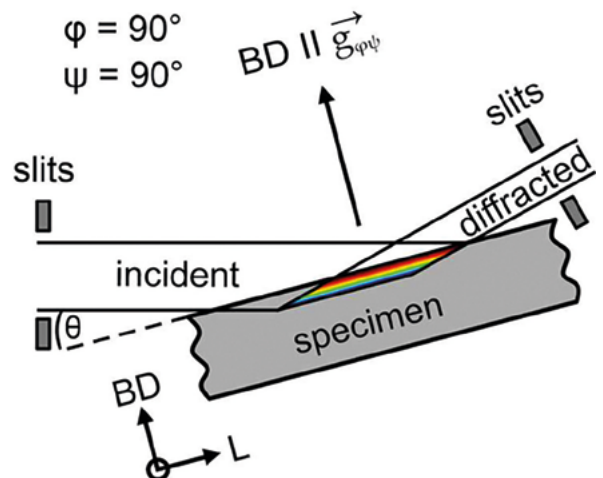
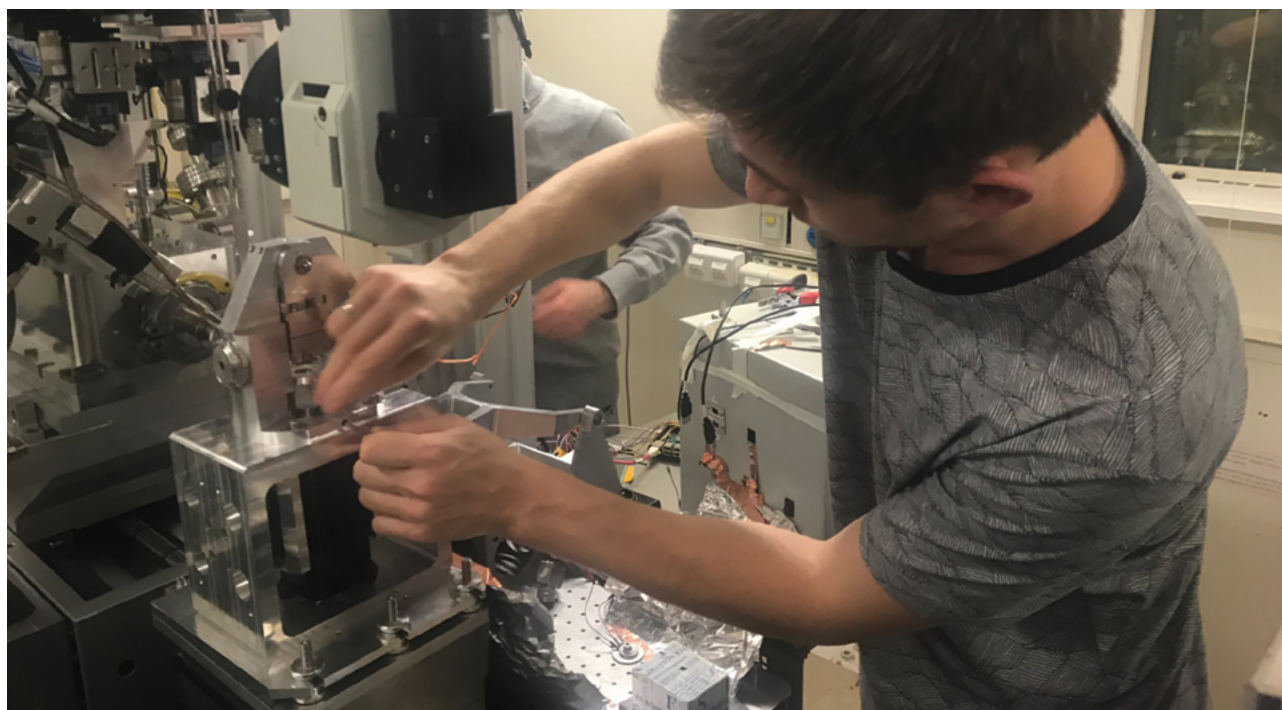


Рис. 7. Схема эксперимента по измерению остаточных напряжений с использованием дифракции в «белом» пучке. Схема воспроизводится из находящейся в открытом доступе статьи [21] в соответствии с лицензией Creative Commons CC BY 4.0 DEED



Младший научный сотрудник лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов Кемал Исметович Эмурлаев готовит эксперимент на станции ID 13 ESRF, Гренобль, Франция

Эффективная методика оценки остаточных напряжений может быть реализована с использованием метода дифракции в «белом» пучке [21]. Её особенность связана с возможностью определения полного тензора напряжений в приповерхностном слое (10 мкм – 1 мм) исследуемого образца. Схема проведения эксперимента, представленная на рисунке 7, была реализована на станции P61A «White Beam Engineering Materials Science» источника PETRA III. В работе [21] данный подход был использован для исследования заготовок из сплава Inconel 718, полученных методом лазерной 3D-печати. Было показано, что величина внутренних напряжений слабо зависит от типа текстуры, сформированной в процессе печати. Ожидаемым результатом является тот факт, что после удаления подложки произошла релаксация и существенное перераспределение внутренних напряжений.

В заключение следует отметить, что методы дифракции, радиографии и компьютерной томографии имеют большое значение для исследования процессов структурно-фазовых преобразований в конструкционных материалах, подвергаемых различным видам внешнего воздействия. К сожалению, на работающих в настоящее время отечественных источниках СИ

отсутствует оборудование, соответствующее по характеристикам станциям ID13 источника ESRF, I12 источника DLS и P07 источника Petra III. Разработка и введение в эксплуатацию близких по характеристикам станций на источнике ЦКП «СКИФ», несомненно, имеет важное значение для всех отечественных коллективов, работающих в области исследования конструкционных материалов.

Литература

1. K. Emurlaev, I. Bataev, I. Ivanov, D. Lazurenko, V. Burov, A. Ruktuev, D. Ivanov, M. Rosenthal, M. Burghammer, K. Georgarakis, A. M. Jorge Junior / Friction-induced phase transformations and evolution of microstructure of austenitic stainless steel observed by operando synchrotron X-ray diffraction // *Acta Materialia*. – 2022. – 234. – P. 118033. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2022.118033>
2. I.A. Bataev, D. V. Lazurenko, A. A. Bataev, V. G. Burov, I. V. Ivanov, K. I. Emurlaev, A. I. Smirnov, M. Rosenthal, M. Burghammer, D. A. Ivanov, K. Georgarakis, A. A. Ruktuev, T. S. Ogneva, A.M.J. Jorge / A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation // *Acta Materialia*. – 2020. – 196. – P. 355–369. – doi: [10.1016/j.actamat.2020.06.049](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.06.049)

3. S. Ancey-Rocchi, V. Vidal, T. Poulain, T. Billot, D. Bechet, N. Binot, V. Huleux, M. Dehmas, D. Delagnes / Influence of Austenitization Parameters on the Precipitation Sequence and the Chemical Homogenization of Austenite in a High-Performance Fe–Ni–Cr–Al–Ti–Mo Stainless Maraging Steel // *Metallurgical and Materials Transactions A.* – 2021. – 52. – P. – doi: 10.1007/s11661-021-06415-1
4. S. Lin, U. Borggren, A. Stark, A. Borgenstam, W. Mu, P. Hedström / In-Situ High-Energy X-ray Diffraction Study of Austenite Decomposition During Rapid Cooling and Isothermal Holding in Two HSLA Steels // *Metallurgical and Materials Transactions A.* – 2021. – 52(5). – P. 1812–1825. – doi: 10.1007/s11661-021-06192-x
5. T. Ungár, A. Borbély / The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis // *Applied Physics Letters.* – 1996. – 69(21). – P. 3173–3175. – doi: 10.1063/1.117951
6. I.V. Ivanov, D.V. Lazurenko, A. Stark, F. Pyczak, A. Thömmes, I. A. Bataev / Application of Different Diffraction Peak Profile Analysis Methods to Study the Structure Evolution of Cold-Rolled Hexagonal α -Titanium // *Metals and Materials International.* – 2020. – 26(1). – P. 83–93. – doi: 10.1007/s12540-019-00309-z
7. K. Georgarakis, L. Hennet, G. A. Evangelakis, J. Antonowicz, G. B. Bokas, V. Honkimaki, A. Bytchkov, M. W. Chen, A. R. Yavari / Probing the structure of a liquid metal during vitrification // *Acta Materialia.* – 2015. – 87. – P. 174–186. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.01.005>
8. J. Sutter, T. Connolley, T. Hill, H. Huang, D. Sharp, M. Drakopoulos / Obtaining local reciprocal lattice vectors from finite-element analysis // *Journal of synchrotron radiation.* – 2008. – 15. – P. 584–92. – doi: 10.1107/S090904950802801X
9. I. Ivanov, J.J. Gutiérrez Moreno, K. Emurlaev, D. Lazurenko, I. Bataev / Anomalous growth of dislocation density in titanium during recovery // *Materials Today Communications.* – 2023. – 35. – P. 106298. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.106298>
10. I.V. Ivanov, K. I. Emurlaev, D. V. Lazurenko, A. Stark, I. A. Bataev / Rearrangements of dislocations during continuous heating of deformed β -TiNb alloy observed by in-situ synchrotron X-ray diffraction // *Materials Characterization.* – 2020. – 166. – P. – doi: 10.1016/j.matchar.2020.110403
11. D.V. Lazurenko, I. A. Bataev, V. I. Mali, A. M. Jorge, A. Stark, F. Pyczak, T. S. Ogneva, I. N. Maliutina / Synthesis of metal-intermetallic laminate (MIL) composites with modified Al₃Ti structure and in situ synchrotron X-ray diffraction analysis of sintering process // *Materials and Design.* – 2018. – 151. – P. 8–16. – doi: 10.1016/j.matdes.2018.04.038
12. D.V. Lazurenko, A. Stark, M. A. Esikov, J. Paul, I. A. Bataev, A. A. Kashimbetova, V. I. Mali, U. Lorenz, F. Pyczak / Ceramic-reinforced γ -TiAl-based composites: Synthesis, structure, and properties // *Materials.* – 2019. – 12(4). – P. – doi: 10.3390/ma12040629
13. D.V. Lazurenko, G. D. Dovzhenko, V. V. Lozanov, I. Y. Petrov, T. S. Ogneva, K. I. Emurlaev, I. A. Bataev / Stabilization of Ti5Al11 at room temperature in ternary Ti–Al–Me (Me = Au, Pd, Mn, Pt) systems // *Journal of Alloys and Compounds.* – 2023. – 944. – P. 169244. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169244>
14. D.V. Lazurenko, V. V. Lozanov, A. Stark, F. Pyczak, A. A. Ruktuev, K. I. Emurlaev, L. Song, I. A. Bataev, I. V. Ivanov, T. S. Ogneva, A. A. Bataev / In situ synchrotron X-ray diffraction study of reaction routes in Ti–Al₃Ti-based composites: The effect of transition metals on L1₂ structure stabilization // *Journal of Alloys and Compounds.* – 2021. – 875. – P. – doi: 10.1016/j.jallcom.2021.160004
15. D.V. Lazurenko, A. Stark, M. Esikov, J. Paul, I. Bataev, A. A. Kashimbetova, V. Mali, U. Lorenz, F. Pyczak / Ceramic-reinforced γ -TiAl-based composites: Synthesis, structure, and properties // *Materials.* – 2019. – 12(4). – P. 629. – doi: 10.3390/ma12040629
16. Z. Song, O. V. Magdysyuk, T. Sparks, Y.-L. Chiu, B. Cai / Revealing growth mechanisms of faceted Al₂Cu intermetallic compounds via high-speed Synchrotron X-ray tomography // *Acta Materialia.* – 2022. – 231. – P. 117903. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2022.117903>
17. M.A. Azeem, M. K. Bjerre, R. C. Atwood, N. Tiedje, P. D. Lee / Synchrotron quantification of graphite nodule evolution during the solidification of cast iron // *Acta Materialia.* – 2018. – 155. – P. 393–401. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.06.007>
18. L. Aucott, H. Dong, W. Mirihanage, R. Atwood, A. Kidess, S. Gao, S. Wen, J. Marsden, S. Feng, M. Tong, T. Connolley, M. Drakopoulos, C. R. Kleijn, I. M. Richardson, D. J. Browne, R. H. Mathiesen, H. V. Atkinson / Revealing internal flow behaviour in arc welding and additive manufacturing of metals // *Nature Communications.* – 2018. – 9(1). – P. 5414. – doi: 10.1038/s41467-018-07900-9
19. G. Soundarapandiyani, C.L.A. Leung, C. Johnston, B. Chen, R.H.U. Khan, P. McNutt, A. Bhatt, R. C. Atwood, P. D. Lee, M. E. Fitzpatrick / In situ monitoring the effects of Ti6Al4V powder oxidation during laser powder bed fusion additive manufacturing // *International Journal of Machine Tools and Manufacture.* – 2023. – 190. – P. 104049. – doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2023.104049>
20. C.L.A. Leung, S. Marussi, R. C. Atwood, M. Towrie, P.J. Withers, P. D. Lee / In situ X-ray imaging of defect and molten pool dynamics in laser additive manufacturing // *Nature Communications.* – 2018. – 9(1). – P. 1355. – doi: 10.1038/s41467-018-03734-7
21. J. Schröder, A. Evans, V. Luzin, G. Faria, S. Degener, E. Polatidis, J. Čapek, A. Kromm, G. Dovzhenko, G. Bruno / Texture-based residual stress analysis of laser powder bed fused Inconel 718 parts // *Journal of Applied Crystallography.* – 2023. – 56. – P. – doi: 10.1107/S1600576723004855

ПЕРСПЕКТИВА ИСПОЛЬЗОВАНИЯ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И ЛАЗЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ПЕРЕДОВЫХ ЗАДАЧ В АВИАСТРОЕНИИ



Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки
Институт ядерной физики имени
Г.И. Будкера СО РАН

630090 Новосибирск, пр. Академика
Лаврентьева, 11

Завьялов Алексей Павлович

кандидат физико-математических наук, старший научный
сотрудник

zavjalov.ap@solid.nsc.ru

Купер Константин Эдуардович

кандидат физико-математических наук, старший научный
сотрудник

K.E.Kuper@inp.nsk.su

Введение

В ИТПМ СО РАН лаборатория лазерных технологий продолжает фундаментальные исследования в области взаимодействия мощного лазерного излучения с веществом. В рамках научного направления «лазерная микрометаллургия» проводятся исследования с целью получения заданного структурно-фазового состава и механических свойств материала после лазерного воздействия.



Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки Институт
теоретической и прикладной механики
им. С.А. Христиановича Сибирского
отделения Российской академии наук

630090, г. Новосибирск, ул. Институтская, 4/1

Фомин Василий Михайлович

академик РАН, доктор физико-математических наук,
заместитель председателя СО РАН, научный руководитель
ИТПМ СО РАН, заведующий лабораторией

fomin@itam.nsc.ru

Маликов Александр Геннадьевич

доктор технических наук, заведующий лабораторией,
ведущий научный сотрудник

тел.: +7-903-906-74-38, smalik707@yandex.ru

Гольшев Александр Анатольевич

кандидат физико-математических наук, старший научный
сотрудник

alexgol@itam.nsc.ru

Лазерная микрометаллургия основана на комплексном подходе, позволившем сформировать общие физические закономерности, которые описывают конечные характеристики материала в зависимости от системы легирования и теплофизических свойств материала, режимов затвердевания и типа течения расплава, быстропротекающего локального неравновесного нагрева,

плавления и последующей кристаллизации материала, скоростью охлаждения, оптимальной постобработки и диагностики фазового состава материала с помощью синхротронного излучения на установке класса «мегасайенс» в ЦКП Сибирского центра синхротронного излучения на базе ИЯФ СО РАН.

На основе результатов фундаментальных исследований реализуются прикладные технологии: прямое лазерное выращивание металло-керамических покрытий на основе титановых, никелевых сплавов, алюминиевых сплавов, нержавеющей стали и керамик типа карбида бора, кремния, вольфрама; высокопрочная лазерная сварка однородных и разнородных алюминиевых, алюминивно-литиевых, титановых сплавов, сплавов на основе железа, технология восстановления пера лопатки в газотурбинном двигателе.

Для исследований структурных и фазовых изменений в результате высокоэнергетического лазерного воздействия широко используется рентгеноструктурный анализ с использованием синхротронного излучения в режиме *ex situ*. Однако стремление получить информацию о физике взаимодействия лазерного излучения с веществом и понимания фундаментальной природы

требует развитие методов в режиме *ex situ* и *in situ* с применением синхротронного излучения с использованием установок класса «мегасайенс». *In situ* является ключевым режимом для наблюдения физических явлений (динамика ванны расплава, динамика порошка и брызг, фазовых переходов формирования парогазового канала) и имеет жизненно важное значение для изучения физики, лежащей в основе процессов прямого лазерного выращивания и лазерной сварки.

В последние годы аддитивное производство (АП), также известное как 3D-печать, привлекло значительное внимание благодаря широкому спектру применений в различных отраслях — таких, как аэрокосмическая и автомобильная промышленность, биомедицина, ядерное производство и т.д. В настоящее время АП производит революцию в обрабатывающей промышленности благодаря своей способности получать изделия сложной формы за короткий промежуток времени и практически без отходов материала.

Примеры АП в аэрокосмической отрасли включают сложные элементы топливных форсунок, которые ранее требовали сборки из множества деталей, а также легкие инженерные конструкции, что приводит к значительной экономии. На



Рис. 1. Области применения ремонта узлов ГТД с помощью аддитивного лазерного выращивания (согласно ОДК «Авиадвигатель»)

рисунке 1, предоставленном ОДК «Авиадвигатель», приведены области применения ремонта узлов ГТД с помощью аддитивного лазерного выращивания. Медицинские и зубные имплантаты, производимые АП, обладают значительными преимуществами для интеграции и биосовместимости, а также возможностью создания устройств или изделий, адаптированных к пациенту, на основе собственных медицинских изображений человека. Аддитивное выращивание наконечников горелок сложной формы, изготовленных из жаропрочных материалов, продлевает срок службы компонентов и сокращают время ремонта. Приложения АП в автомобильной промышленности включают прототипирование, а также быстрое изготовление и ремонт промышленного оборудования, такого как пуансоны, штампы и специальные инструменты.

Но несмотря на свои многообещающие характеристики, компоненты АМ до сих пор не считаются надежными для критически важных с точки зрения безопасности или крупномасштабных приложений. Известно, что параметры процесса АП влияют на микроструктуру, остаточные напряжения, шероховатость поверхности и морфологию дефектов. Помимо параметров процесса АП и посттермообработки на механические свойства может влиять структурно-фазовый состав.

Определение взаимосвязи между свойствами материалов с их структурным состоянием является важнейшей задачей. Традиционные источники рентгеновского излучения (рентгеновские трубки) позволяют детально исследовать атомную и электронную структуру веществ. Однако источники синхротронного излучения имеют ряд значительных преимуществ по сравнению с ними. Синхротронное излучение — это универсальный исследовательский инструмент, позволяющий получать информацию об атомарном устройстве материалов и объектов в самых разных областях знаний: физике, химии, биологии, медицине и т.д. Интенсивность СИ в рентгеновском диапазоне на несколько порядков выше, чем интенсивность излучения самых современных и мощных рентгеновских трубок. Это позволяет сократить время, необходимое для сбора данных, а также исследовать тонкие эффекты, для регистрации которых с применением традиционных источников потребовались бы очень длительные эксперименты. Значительная часть энергии, излучаемой рентгеновской трубкой, приходится на узкий спектральный диапазон (характеристическое излучение анода), а высо-

кая интенсивность пучка СИ непрерывно распределена во всем рентгеновском диапазоне. «Белый» спектр СИ позволяет в каждом конкретном случае подбирать оптимальную длину волны или варьировать ее в ходе эксперимента, что значительно расширяет возможности классических рентгеновских методов. Еще одним достоинством СИ является сравнительно малое поперечное сечение и высокая параллельность рентгеновских пучков, а также возможность дополнительно коллимировать и фокусировать их с помощью рентгеновской оптики.

Следует при этом отметить, что в настоящее время методы дифракции синхротронного излучения при изучении машиностроительных материалов используются редко. Обусловлено это относительно малым количеством источников излучения такого типа. В настоящее время в мире эксплуатируется и находится на стадии проектирования примерно 80 исследовательских установок, позволяющих реализовать методы дифракции синхротронного излучения. Наличие в стране современных синхротронов свидетельствует о ее высоких технологических возможностях. В соответствии с национальным проектом «Наука» в Российской Федерации в 2024 году будет построен один из самых совершенных в мире источников синхротронного излучения 4-го поколения, получивший название Сибирский кольцевой источник фотонов, сокращенно СКИФ (планировка внешнего вида приведена на рис. 2). Предполагается, что ряд задач, решаемых на нем, будет связан с изучением структуры металлических материалов в режиме *in situ*.

Однако больше всего в синхротронных исследованиях заинтересованы разработчики и производители высокотехнологичных материалов. Без рентгеноструктурных исследований сегодня невозможно создание новых металлических покрытий, полимеров и композитов с заранее заданными свойствами, в том числе для работы в экстремальных условиях: в Арктике, космосе, внутри ядерных реакторов и так далее. И здесь уже на первом месте стоит не просто научный интерес, а вопрос технологической безопасности страны.

В настоящее время современные металлические сплавы исчерпывают свой ресурс повышения физико-механических свойств классическими методами, применяемыми в металлургии. Как результат, существует актуальная задача в разработке новых материалов и соответствующих

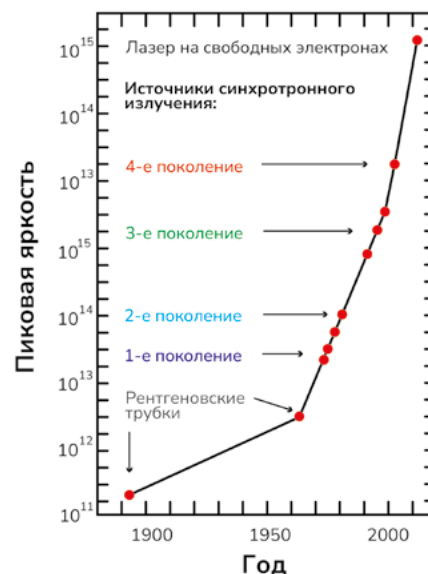


Рис. 2. Планировка внешнего вида СКИФ (а) и отличия пиковой яркости между поколениями источников СИ (б)

изделий на основе металлокерамики, имеющих повышенные физико-механические свойства. На смену традиционным технологиям получения металло-матричных материалов приходит аддитивное производство. Главным преимуществом АТ является возможность создания и восстановления деталей со сложной геометрией, недоступной для классических методов. В частности, это относится к повышению эксплуатационных характеристик рабочей части пера лопатки газотурбинного двигателя.

Например, повышение износостойкости и твердости легких металлических материалов, таких как алюминий (Al) и титан (Ti), открыло бы их использование в принципиально новых областях, особенно в автомобильной и аэрокосмической промышленности [3]. Добавление керамических частиц позволяет получать материалы, способные удовлетворить большинству промышленных требований. Такие материалы известны как металломатричные композиты (ММК) или металлокерамические композиты (МКК). ММК позволяют сочетать уникальные физико-механические свойства — низкую плотность и коэффициент теплового расширения (КТР), высокую твердость, повышенную износостойкость и т.д. [4].

Применение керамических частиц в качестве модифицирующих добавок при аддитивном выращивании приводит к изменению структурно-

фазового состояния и повышению механических свойств металломатричных композитов, в том числе и авиационных сплавов. Введение керамического порошка в расплав формирует функционально-градиентную структуру (ФГМ), в которой металлическая матрица является основой [1]. В таких материалах удаётся достигнуть высокого сопротивления ударному разрушению благодаря вкладу внутренних и внешних механизмов. Внутренние механизмы связаны с микроструктурой материала (размер зерна, состояние границ зерен, расположение частиц и образование вторичных фаз и т.д.), все остальные факторы, приводящие к повышению ударной вязкости, относят к внешним механизмам.

Современные экологические программы требуют резкое сокращение выбросов вплоть до полной углеродной нейтральности. Для достижения этих целей необходимо повысить эффективность двигателей внутреннего сгорания либо за счет более высоких рабочих температур, либо за счет использования альтернативных видов топлива, таких как водород. Водород сгорает с более высокой скоростью пламени и температурой, чем природный газ, что приводит к более высоким максимальным температурам и давлениям в камерах сгорания и, таким образом, требует для этих компонентов жаропрочных материалов. Сплавы с оксидно-дисперсионным упрочнением (ОДУ) являются потенциальным кандидатом для этого конкретного применения. Кроме того из-

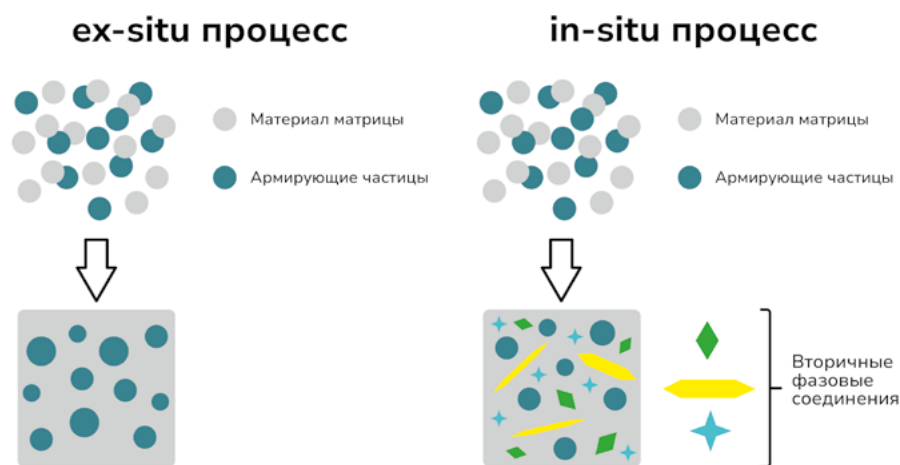


Рис. 3. Схема формирования ex situ (а) и in situ (б) композитов

вестно, что сплавы ОДУ выдерживают экстремальные условия на атомных электростанциях и поэтому считаются высокоэффективными материалами для безопасного и устойчивого использования в области ядерного синтеза, которая, благодаря последним достижениям, может в будущем заменить атомные электростанции.

Как правило, в качестве армирующих элементов используются разного типа керамика (оксиды, нитриды и карбиды), тогда как в качестве матричных материалов используются сплавы титана, магния, алюминия, меди и никеля. В зависимости от характера формирования армирования металлокерамические материалы классифицируются как ex situ и in situ композиты (рис. 3). Ex situ композиты – композиты, в которых введение различных керамических частиц, таких как B_4C , WC , TiC , Al_2O_3 и т.д., происходит непосредственно в металлическую матрицу или ванну расплава. In situ композиты – композиты, в которых армирующие частицы синтезируются в самой матрице путем химических реакций между элементами [5].

Основным недостатком ex situ ММК является ограничение размера армирующей фазы, а также плохая смачиваемость между частицами и матрицей. Физические и механические свойства ММК в первую очередь определяются размером и объемной долей армирования. Однородное распределение мелкодисперсных и термостабильных керамических частиц в металлической матрице желательно для достижения оптимальных механических свойств ММК. В результате необходима разработка принципов

ального новых ММК, армированных in situ методом, в котором армирующие частицы синтезируются в металлической матрице в результате химической реакции между элементами во время изготовления композита.

ММК, армированные in situ методом обладают многими преимуществами по сравнению с ММК, армированными ex situ методом:

- армирование, формируемое в результате in situ, термодинамически стабильно и приводит к меньшей деградации при повышенных температурах;
- сильная межфазная связь между матрицей и армированием из-за чистого интерфейса матрица-армирование;
- лучшие физические и механические свойства благодаря однородному распределению мелкозернистого армирования в матрице.

Использование технологии in situ является перспективным способом формирования композитов как технической с точки зрения, так и экономических соображений. ММК с in situ армированием позволяют достигнуть лучших физических и механических свойств по причине лучшего управления размером и уровня армирования, а также поверхности раздела матрица-армирование. Механические и физические свойства композитов с металлической матрицей в основном определяются свойствами матрицы, дисперсией армирования, межфазным сцеплением между матрицей и ар-

мированием и методом обработки. Использование лазерного излучения для формирования ММК с *in situ* армированием открывает новые горизонты для создания многофункциональных композитов с металлической матрицей, которые трудно получать с помощью традиционных производственных процессов. ММС могут быть получены либо реакцией *in situ* между элементами порошковой смеси, либо реакцией *in situ* между порошковой смесью и химически активными газами (азот, кислород и т.д.) во время лазерной обработки.

Сложной проблемой, имеющей важное практическое значение, является лазерная сварка современных термически упрочняемых алюминиевых сплавов.

При разработке современных транспортных средств, удовлетворяющих определенным условиям эксплуатации, используется более 20 видов алюминиевых сплавов, в том числе алюминий-литиевые [1]. Исторически сложилось, что развитие алюминий-литиевых сплавов пошло по двум путям развития: системы Al-Mg-Li и Al-Cu-Li. Сплавы, содержащие магний, такие как, например, сплавы марки 1420, 1424, развивались с целью создания материала, обладающего высокой коррозионной стойкостью. В то же время, алюминий-литиевые сплавы с высоким содержанием меди (В-1461, В-1469) используются для создания силовых элементов авиакосмических конструкций, ввиду их высоких прочностных характеристик. Применяются сплавы промежуточного типа, имеющие в своём составе доли меди и магния, близкие по концентрации, например сплав 1441. В начале 1990-х годов были представлены Al-Li-сплавы 3-го поколения, которые имели пониженную концентрацию Li (Li < 2 мас.%) следующей системы легирования: Al-Cu-Li (В-1461, В-1469, 2195, 2196, 2198 и др.); Al-Cu-Mg-Li (1441) и Al-Mg-Li (1424) [2-8]. Данные сплавы считаются одними из наиболее перспективных для применения в аэрокосмической промышленности благодаря высоким механическим характеристикам: прочности, жесткости, пластичности, обрабатываемости и коррозионной стойкости. Это позволяет им конкурировать с традиционными алюминиевыми сплавами и полимерными композиционными материалами. Высокие механические свойства этих спла-

вов обеспечиваются за счет специальной термомеханической обработки, в результате которой формируются различные упрочняющие фазы. Эффект упрочнения алюминиевых сплавов достигается в основном за счет интерметаллидных фаз с характерными нанометровыми размерами. В результате распада пересыщенного твердого раствора за счет искусственного старения для термически упрочняемых алюминий-литиевых и алюминий-литиево-литиевых сплавов образуется ряд фаз, характеристики кристаллографических параметров и состава.

Изготовление неразъемных соединений данных сплавов основано на использовании технологии заклепочного соединения деталей с большим количеством заклепок. Технология заклепочного соединения требует больших временных затрат, что обусловлено использованием ручного труда, при этом процесс сопровождается шумом и вибрацией. Кроме того, при использовании заклепочной технологии детали соединяются внахлест, что приводит к увеличению материалоемкости и массы конструкции, а также к необходимости принимать специальные меры для герметизации изделий. В настоящее время технология заклепочного соединения уступает место сварке, обеспечивающей большую эффективность процесса соединения материалов и уменьшение массы конструкций.[9,10]

Согласно оценкам ВИАМ, переход на Al-Li сплавы третьего поколения с заменой заклепочных соединений на сварные обеспечит снижение веса конструкции самолета (Ил-112В, SSJ-New) до 25%[7,11].

Однако до сих пор не решена задача достижения необходимых механических свойств (предела прочности, предела текучести, относительного удлинения) сварных соединений алюминий-литиевых сплавов [12]. Улучшение эксплуатационных свойств сварного соединения металлических материалов связано с целенаправленным изменением структурного фазового состояния и химического состава расплава, в результате чего металлы и сплавы приобретают в локальных объемах свойства, недостижимые при традиционных методах обработки

В ИТПМ СО РАН созданы научные основы формирования методом лазерной сварки высокопрочных неразъемных гомогенных (однородных) и гетерогенных (разнородных) соединений сплавов на основе титанового и алюминий-литиевого

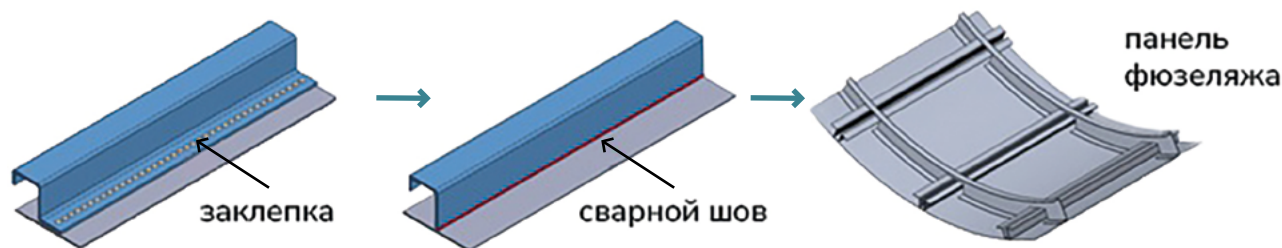


Рис. 4. Эскиз крепления стрингера к фюзеляжу с помощью заклепочного соединения и лазерного сварного

сплава, работающих в условиях сложного нагружения. В результате прочностные характеристики лазерных сварных соединений, становятся близкие или равные исходным сплавам в состоянии поставки.

Аддитивное выращивание металломатричных композитов

В ИТПМ СО РАН активно развивается направление лазерной микрометаллургии, исследующей процессы, протекающие при прямом лазерном выращивании и реакции *in situ* в зависимости от системы легирования сплавов и керамик, теплофизических свойств, режимов затвердевания, конвективного переноса расплава, быстропротекающего локального неравновесного нагрева плавления и последующей кристаллизации материала, скоростью охлаждения.

Изготовление градиентных модульных конструкций проводилось с помощью автоматизированной лазерной технологической установки. Лазерная установка включает в себя иттербиевый волоконный лазер фирмы IPG Photonics с длиной волны излучения 1,07 мкм и мощностью до 3 кВт, роботизированную руку фирмы Fanuc, порошковый дозатор Oerlikon Metco наплавочную головку Precitec [7].

В качестве технологии выращивания была выбрана методика прямого лазерного осаждения, при которой порошок подается через специальное сопло, образуя локальную ванну жидкого расплава (схема и фотография процесса наплавки показаны на рис. 4а и 4б соответственно). Данный метод благодаря более высокой скорости сканирования и охлаждения позволяет уменьшить влияние градиента температур и формирования вторичных фаз в зоне соединения. В качестве газа-носителя и защитной среды использовался аргон.

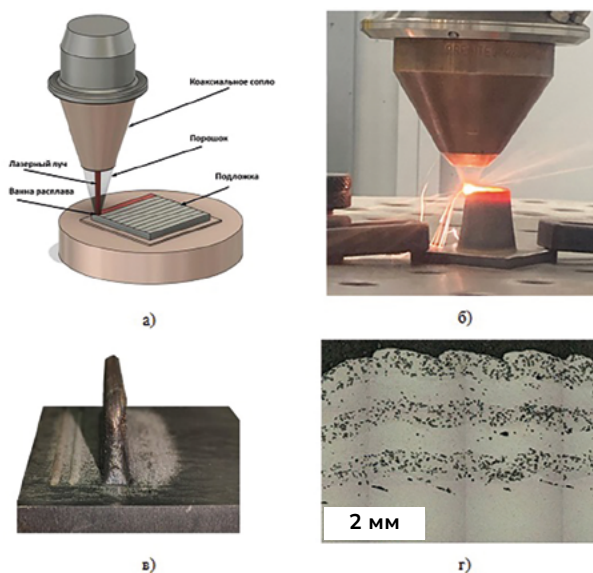


Рис. 5. Схематическое изображение технологии прямого лазерного выращивания (а), фотография процесса наплавки (б), фотография элементарной вертикальной конструкции (в) и функционально-градиентная микроструктура вертикальной конструкции (г)

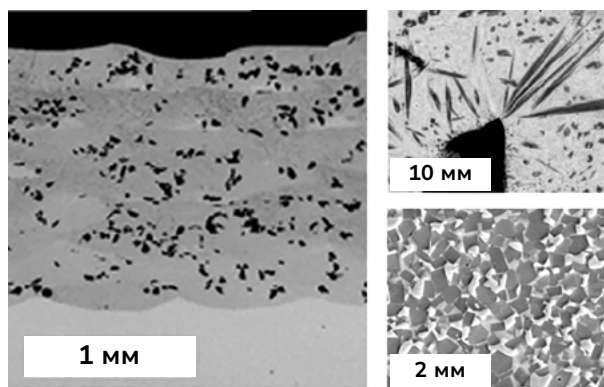


Рис. 6. Изображение с электронного микроскопа покрытия В₄С – ВТ-6 с соотношением 1:9 % масс

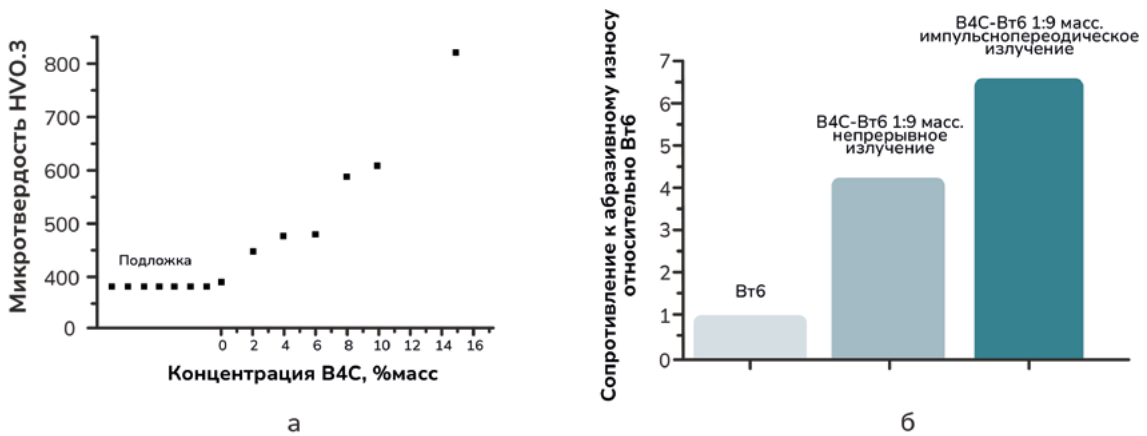


Рис. 7. Микротвердость (а) и износостойкость (б) образцов при разной концентрации карбида бора

На рисунке 5в приведена фотография элементарной вертикальной конструкции характеризующейся функционально-градиентной микроструктурой (рис. 5г), т.е. металлический слой из ВТ-6 чередуется с металлокерамическим слоем ВТ-6 – В4С.

На рисунке 6 представлены изображения поперечных сечений ММК, полученные с помощью электронного микроскопа при разном увеличении [8]. Показано, что наплавленный материал имеет сложную развитую микроструктуру. Исходные керамические частицы окружены вторичными фазами образованные в результате экзотермической реакции между карбидом бора и титаном (TiB, TiB₂, TiC).

На рисунке 7 представлено влияние концентрации керамики на микротвердость и износостойкость формируемых покрытий (ВТ-6-В4С). Видно, что с увеличением концентрации керамики происходит рост механических характеристик в несколько раз.

На рисунке 8 представлена микроструктура образца NiCrSiB + WC 4:6 масс., полученная с помощью электронного микроскопа [9]. Видно, что аналогично титано-матричным композитам происходит in situ синтез и в результате химической реакции формируются вторичные фазовые соединения (CrB, (Cr, Fe)₇C₃ и Cr₂₃C₆).

На рисунке 9а представлена зависимость микротвердости от концентрации керамики в порошковой смеси. Видно, что с увеличением концентрации карбида вольфрама микротвердость возрастает и составляет более чем 1000HVO,3 для 40% NiCrBSi – 60% WC покры-

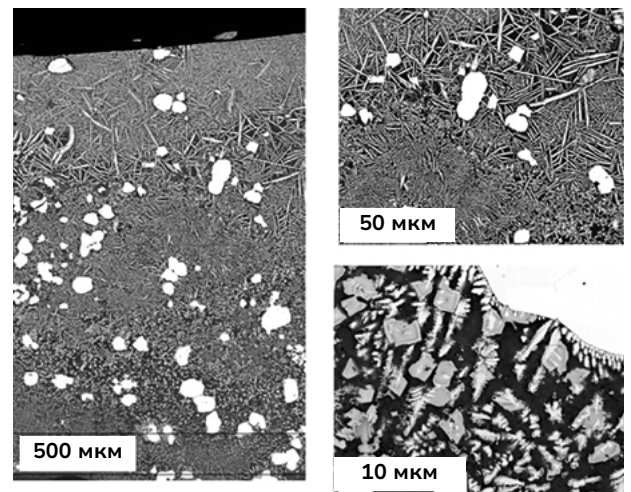


Рис. 8. Изображение с электронного микроскопа покрытия NiCrSiB - WC с соотношением 6:4 масс

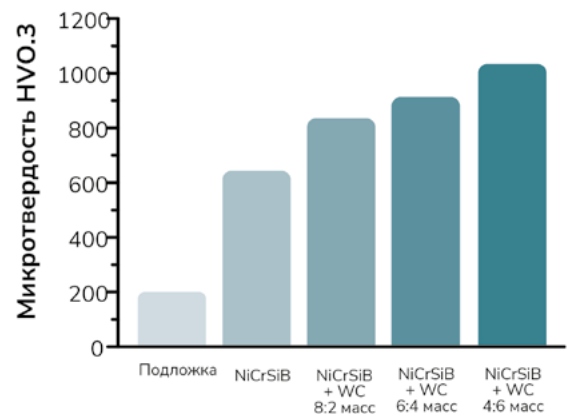


Рис. 9(а). Микротвердость образцов при разной концентрации карбида вольфрама

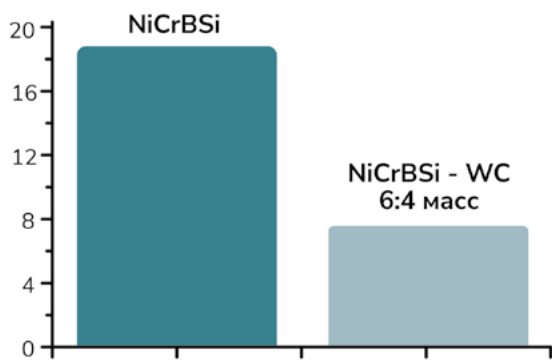


Рис. 9(б). Износостойкость образцов при разной концентрации карбида вольфрама

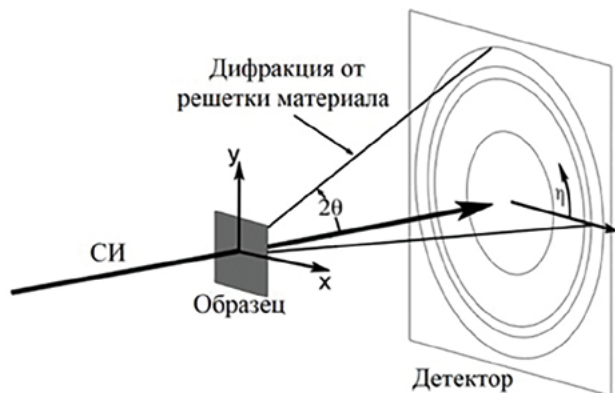


Рис. 10. Геометрия эксперимента по синхротронной дифракции

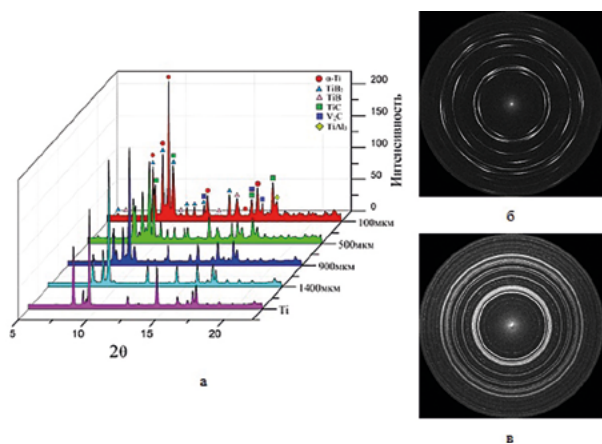


Рис. 11. Полученная с помощью синхротронного излучения рентгенограмма многослойного металлокерамического покрытия VT-6 + V₄C (а) и дифракционные изображения с кольцами Дебая для VT-6 (б) и покрытия VT-6 + V₄C (в)

тия. Это объясняется тем, что в процессе лазерного воздействия в ванне расплава образуются вторичные армирующие фазы типа Ni₂B, CrB, Ni₅Si₃, Ni₁₃Si₁₂, Ni₃Si, (Cr, Fe)₇C₃ и Cr₂₃C₆. Измерение износостойкости показало, что покрытие с добавлением керамики 40% позволяет в 2,5 раза уменьшить износ по сравнению с покрытием без керамики.

Проведено комплексное исследование по созданию и изучению функционально-градиентных материалов с использованием в качестве матрицы титанового сплава ВТ-6, а в качестве армирующих частиц – различных типов керамики: TiB, TiB₂, B, B₄C, SiC, WC, TiN. Однако все рассматриваемые комбинации «матрица + керамика» изучались по отдельности. В результате интерес представляет обобщение всех полученных данных для выявления общих закономерностей. Кроме того, важно понимать, как зависят механические характеристики ФГМ не только от концентрации единой керамики, но и от различных типов армирующих элементов.

С помощью источника СИ было детально исследована эволюция структурно-фазового состава в объеме создаваемых материалов. В типичном эксперименте с использованием синхротронной дифракции образец анализируется на пропускание, а дифракционное изображение записывается с помощью детектора (рис. 10).

На рисунке 11 представлены дифрактограммы и дифракционные изображения многослойного металлокерамического покрытия VT-6 + V₄C с кольцами Дебая, полученные с помощью синхротронного излучения.

Комплексное исследование фазового состава с помощью СИ показало, что добавление армирующих элементов в титановую матрицу приводит к экзотермической реакции с образованием вторичных фазовых соединений. Важно отметить, что такие вторичные фазы представляют собой карбиды, бориды и нитриды: это приводит к изменению физико-механических свойств формируемого функционально-градиентного материала.

Лазерная сварка термически упрочняемых алюминиевых сплавов

В ИТПМ СО РАН [13] при лазерной сварке без проволоки впервые для сплава В-1469 системы Al-Cu-Li постобработка лазерных сварных соединений привела к повышению временного со-

противления до уровня 90% от значений исходного сплава в состоянии поставки.

В работах [9,14,15] показана эффективность оптимизации посттермической обработки сварного шва алюминиево-литиевого сплава Al-Mg-Li. Исследовано изменение структурно-фазового состава и прочностных свойств в зависимости от термообработки (Рисунок 12).

В результате была предложена оптимизация термической обработки (ТО) для достижения близких к исходному сплаву значений всех механических характеристик при статическом растяжении лазерных сварных соединений и показана ее эффективность. Это был не тривиальный подход. Дело в том, что ТО необходимо проводить для всего образца, включающего как разупрочненный шов, так и упрочненную часть сплава. Таким образом, ТО должно было выполнить две противоречивые задачи. С одной стороны, требовалось обеспечить изменение фазового состава сплава по замкнутому циклу, т.е. вернуть его в процессе ТО в исходное состояние, а с другой стороны — в шве необходимо было создать упрочняющие фазы, доведя его прочность до прочности исходного сплава. Именно это обстоятельство не позволяло априори использовать известные схемы ТО, которые применяются при промышленном производстве сплавов системы Al-Li. Возможно, поэтому же отсутствовали научные исследования по оптимизации ТО для сварных соединений сплавов системы Al-Li.

Оптимальные схемы ТО были найдены, получены механические характеристики (временная прочность, предел текучести, относительное удлинение при разрыве) лазерных сварных соединений термически упрочняемых алюминиевых сплавов, фактически равные исходному сплаву [17–21]. При этом были обнаружены новые закономерности влияния основных легирующих элементов Cu, Mg и Li на механические свойства. Например, изменение параметров решетки твердого раствора в процессе ТО, слабое влияние закалки на прочность шва сплавов, легированных Mg и определяющее влияние оптимальной закалки для сплавов, легированных Cu, дающее увеличение прочности на величину порядка 80–130 МПа в зависимости от концентрации Cu. Природа этих закономерностей остается открытой и указывает на наличие различных механизмов упрочнения в зависимости от химического состава легирующих элементов Cu, Mg и Li за счет разных режимов формирова-

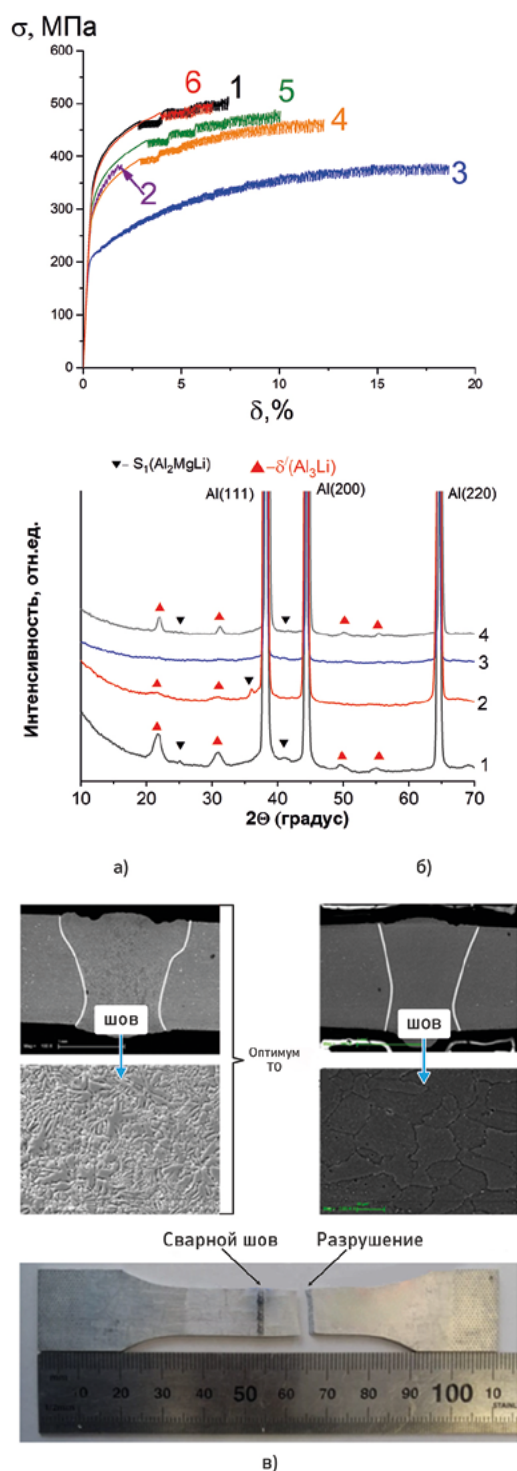


Рис. 12. Зависимость напряжения σ от деформации δ при растяжении от различных режимов то (а), (б) рентгенограммы сварного шва до и после ТО полученные с помощью синхротронного излучения (в) микроструктура сварного шва до и после ТО, фотография высокопрочного сварного шва (1-сплав; 2-сварной шов; 3- после +закалки 490 °С; 4-6 после различных режимов искусственного старения °С 16 часов

ТАБЛИЦА. МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ АЛЮМИНИЕВО-ЛИТИЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫЕ В ИСПЫТАНИЯХ НА СТАТИЧЕСКОЕ РАСТЯЖЕНИЕ.

Наименование сплава	Образец со сварным швом					
	$\sigma_{в'}$ МПа	$\sigma_{0,2'}$ МПа	$\delta, \%$	$k_1, \%$	$k_2, \%$	$k_3, \%$
Д16Т	428	302	19,6	99	98	95
1420	450	370	3,8	100	132	21
1424	503	359	6,6	98	98	92
1441	431	356	9,2	98	104	64
В-1461	510	440	8,7	93	94	86
В-1469	530	485	3,9	95	94	38

ния упрочняющих фаз сварного шва на стадии закалки и искусственного старения. Исследование этих явлений принципиально важно как для понимания физики процесса формирования упрочняющих фаз, так и для создания новых алюминиево-литиевых сплавов с уникальными свойствами.

На основе результатов исследований в таблице представлены значения механических характеристик сварных соединений и их отношения к исходному: k_1 - отношение временного сопротивления на разрыв, k_2 - отношение предела текучести, k_3 - отношение относительного удлинения сварного соединения соответственно, к данным характеристикам исходного сплава, после оптимальной термообработки.

На сегодняшний день для получения максимальных механических свойств лазерных сварных соединений термически упрочняемых алюминиевых сплавов необходимо использовать комплексный подход на основе лазерной микрометаллургии:

- оптимизация воздействия высокоэнергетического лазерного излучения на вещество в режиме кинжального проплавления;
- оптимизация посттермообработки для получения заданного структурно-фазового состояния твердого раствора сварного шва

и, одновременно, изменение по замкнутому циклу структурно-фазового состава сплава вне шва;

- изучение динамики фазовых, микро- и наноструктурных превращений и их связи с механическими свойствами на каждом этапе исследований с использованием независимых методов диагностики, дифрактометрии, синхротронного излучения, высокоразрешающей сканирующей и просвечивающей микроскопией.

Исследование in situ фазового состава сварных швов алюминиевых сплавов путем нагрева лазерным излучением

Задачей данных исследований установление фазовых превращений, происходящих при лазерной сварке алюминиевых сплавов в режиме реального времени. Для этого надо было обеспечить быстрый нагрев в локальной зоне с высоким временным разрешением.

В процессе сварки происходит изменение фазового состава образцов — как в физическом (переход из твердого в жидкое состояние), так и в химическом (образование или распад соединений) смысле. Данные преобразования, несомненно, меняют микрокристаллическую структуру образцов. Например, из расплавов или при рекристаллизации могут образовываться доста-

точно крупные кристаллики. Поэтому изучение исследуемых образцов алюминиевых сплавов требует применения двухкоординатного детектора, поскольку только с его помощью можно получить полную дифракционную картину, дающую информацию о текстурировании и образовании зерен. В качестве такового использовался детектор Mar345. Его достоинствами являются большая площадь регистрации при размере пикселя 100 мкм, динамический диапазон – 16 бит. Недостаток – большое время считывания данных. Возникла необходимость разработки методики получения дифракционных данных за малое время. Для этого рассмотрим схему постановки экспериментов.

Концепция реализации данной методики *in situ* с помощью синхротронного излучения для исследований алюминиевых сплавов представлена на рис. 3.2.2.

В качестве быстрого нагревателя используется оптоволоконный лазер. Для более точного совмещения зоны нагрева и зоны регистрации воздействующее на образец лазерное излучение было решено подвести с обратной от пучка СИ стороны. Отражающее его зеркало также служило поглотителем прямого пучка СИ. Дифрагированное излучение регистрировалось детектором Mar345. Образец приводился в движение по горизонтали и вертикали по заданной программе с помощью линейных подвижек.

Эксперименты проводились на станции рентгеновской микроскопии накопителя ВЭПП-4 (рис. 14). Монохроматический пучок синхротронного излучения формировался вольфрамовыми коллиматорами. Размер пучка составлял 200x200 мкм.

Волоконный лазер мощностью 500 Вт позволял нагревать образцы вплоть до температуры плавления. Эксперименты проводились при движении образца поперек пучка СИ в горизонтальной плоскости. Скорость движения составляла 10 мм/с. На рис. 15 показана фотография процесса.

На рис. 16 приведены данные с детектора и результат обработки от исходного образца, на рис. 17 – для образца при лазерном нагреве.

Видно, что при нагреве существенно меняется характер текстурирования. Кроме того, отметим образование гало в районе 7.5 градусов, что свидетельствует о формировании жидкой фазы.

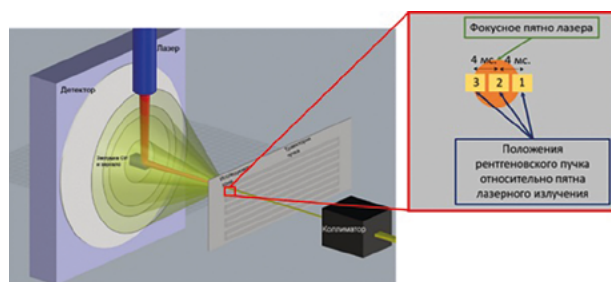


Рис. 13. Методики *in situ* исследования с помощью синхротронного излучения

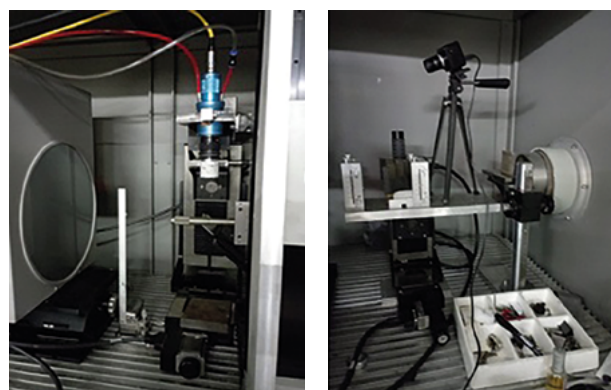


Рис. 14. Фотография станции рентгеновской микроскопии накопителя ВЭПП-4

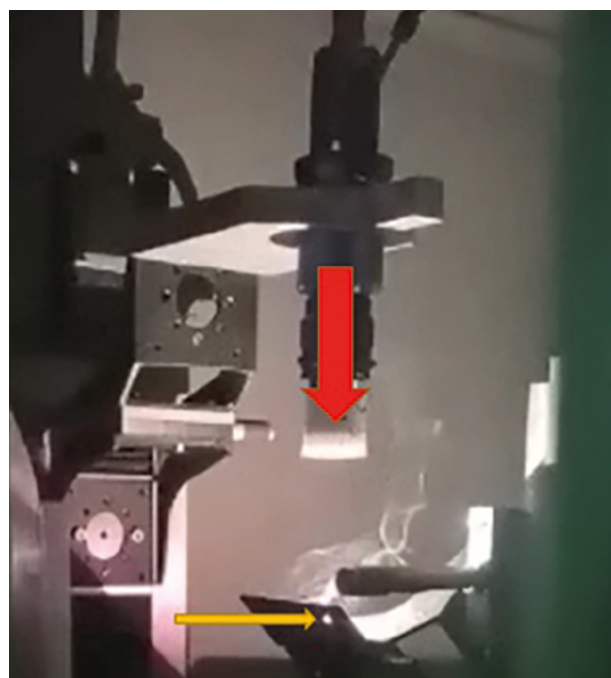


Рис. 15. Иллюстрация эксперимента. Красная стрелка – лазер, желтая указывает на точку нагрева

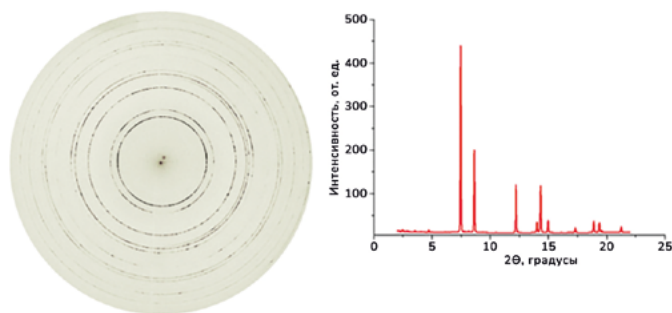


Рис. 16. Диффрактограммы от исходного образца

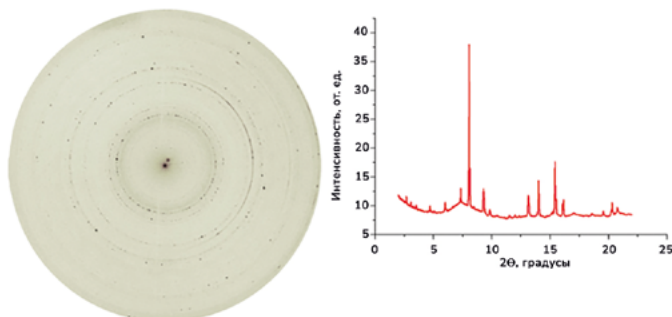


Рис. 17. Диффрактограммы от образца при нагреве

Заключение

Основное направление научного исследования касается решения принципиально новой фундаментальной и прикладной проблемы металловедения — создания методов управления процессами лазерного аддитивного выращивания для получения функциональных изделий с заданными уникальными физико-механическими свойствами (структурно-фазовым составом, микроструктурой, пределом прочности на растяжения, ударной вязкости, модулем Юнга и др.) и структурно-фазовым составом лазерных сварных соединений новых высокопрочных алюминиевых сплавов с целью получения максимальных прочностных свойств.

Решение этой проблемы непосредственно относится к реализации приоритетного направления научно-технологического развития Российской Федерации Н1, связанного с переходом к новым материалам и способам конструирования, интеллектуальным производственным технологиям для авиа- и космической техники. В настоящее время сформирован научно-технологический задел в области конструирования деталей и изделий с высокими свойствами,

применяемых в машиностроении. В частности, одно из применений связано с восстановлением рабочей части пера лопатки газотурбинного двигателя из титанового сплава с применением нового материала. Данный вопрос на сегодняшний день остро стоит в Российской Федерации. Прогнозируемый мультипликативный эффект в экономическом плане связан с обеспеченностью грузовых и пассажирских перевозок воздушным транспортом в РФ.

На сегодняшний день решение новых фундаментальных задач при взаимодействии лазерного излучения с веществом и создание новых высокотехнологичных прикладных технологий невозможно без использования установок класса «мегасайенс». Это позволит нашей стране вновь стать лидером в области лазерных технологий.

Благодарность

Работа выполнена благодаря госзаданию ИТПМ СО РАН.

Список литературы

1. Голышев, А. А. Аддитивное производство in-situ армированных композитов с Металлической матрицей (обзор) / А. А. Голышев // Композиты и наноструктуры. – 2022. – Т. 14, № 2(54). – С. 93–116. – DOI 10.36236/1999-7590-2022-14-2-93-116
2. Маликов, А. Г. Современные тенденции лазерной сварки и аддитивных технологий (обзор) / А. Г. Маликов, А. А. Голышев, И. Е. Витошкин // Прикладная механика и техническая физика. – 2023. – Т. 64, № 1(377). – С. 36–59. – DOI 10.15372/PMTF202215159
3. Голышев, А. А. Влияние керамического волокна SiC в металломатричном композите на его стойкость при высокоскоростном нагружении / А. А. Голышев, С. В. Долгова // Прикладная механика и техническая физика. – 2022. – Т. 63, № 6(376). – С. 145–149. – DOI 10.15372/PMTF20220616
4. Фомин В. М. Создание функционально-градиентного материала методом аддитивного лазерного сплавления / В. М. Фомин, А. А. Голышев, А. Г. Маликов [и др.] // Прикладная механика и техническая физика. – 2020. – Т. 61, № 5(363). – С. 224–234. – DOI 10.15372/PMTF20200523
5. Фомин В. М. In-situ синтез в процессе прямого лазерного выращивания функционального градиентного материала на основе поликристаллического бора и сплава Ti64 / В. М. Фомин, А. Г. Маликов, А. А. Голышев [и др.] // Физическая мезомеханика. – 2022. – Т. 25, № 4. – С. 34–43. – DOI 10.55652/1683-805X_2022_25_4_34
6. Голышев, А. А. Влияние параметров лазерного воздействия на формирование ванны расплава металлокерамической смеси В4С – Ti-6Al-4V / А. А. Голышев, А. М. Оришич // Прикладная механика и техническая физика. – 2022. – Т. 63, № 2(372). – С. 104–116. – DOI 10.15372/PMTF20220210
7. Голышев А. А. Исследование микроструктуры и механических свойств (TiB + TiB₂ + TiC)/Ti-6Al-4V композитного материала, сформированного в процессе in-situ синтеза при SLM / А. А. Голышев, А. Г. Маликов, В. М. Фомин [и др.] // Инженерно-физический журнал. – 2022. – Т. 95, № 7. – С. 1851–1857
8. Фомин В. М. Создание гетерогенного материала на основе титанового сплава и борида титана методом управляемого лазерного воздействия / В. М. Фомин, Т. А. Брусенцева, А. А. Голышев [и др.] // Прикладная механика и техническая физика. – 2021. – Т. 62, № 5(369). – С. 58–67. – DOI 10.15372/PMTF20210506
9. Golyshv, A. Effect of Repetively Pulsed Laser Radiation on the Morphology, Microstructure and Mechanical Properties of WC – NiCrBSi Coatings Obtained by Laser Surface Cladding / A. Golyshv, N. Bulina, M. Gulov // Lasers in Manufacturing and Materials Processing. – 2022. – Vol. 9, No. 4. – P. 590–609. – DOI 10.1007/s40516-022-00193-3

КОМПОЗИЦИОННЫЕ КЕРАМИЧЕСКИЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ МАХ- ФАЗ $Ti-Al-C$ И ОКСИДОВ СИСТЕМЫ $Y-Al-O$



УФИМСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Уфимский университет науки
и технологий»

450076, Российская Федерация,
Республика Башкортостан, г. Уфа,
ул. Заки Валиди, 32

Рамазанов Камиль Нуруллаевич

доктор технических наук, заведующий кафедрой
«Технология машиностроения»

тел.: +7-927-317-70-66, ramazanovkn@gmail.com

Разработаны композиционные жаростойкие покрытия для защиты деталей от высокотемпературной коррозии, состоящие из двух функциональных слоев: жаростойкого на основе МАХ фазы Ti_2AlC и термобарьерного, состоящего из сложных оксидов $YAlO$.

В числе проблем современного материаловедения выделяется разработка новых жаропрочных материалов, обладающих пониженной удельной массой. Современные жаропрочные стали и сплавы не могут в полной мере удовлетворить требования, предъявляемые конструкторами перспективных изделий авиакосмической техники. Разработка жаростойких и термобарьерных покрытий для

Назаров Алмаз Юнирович

кандидат технических наук, инженер кафедры
«Технология машиностроения»

Варданян Эдуард Леонидович

доктор технических наук, доцент кафедры
«Технология машиностроения»

Николаев Алексей Александрович

инженер кафедры «Технология машиностроения»

Маслов Алексей Андреевич

лаборант кафедры «Технология машиностроения»

защиты изделий из жаропрочных сплавов позволит резко увеличить массовую отдачу газотурбинных двигателей, что является первоочередной задачей при создании двигателей нового поколения. Современные покрытия для лопаток турбин вращаются вокруг керамических оксидов. Это, в основном, стабилизированный иттрием диоксид циркония. Однако данные покрытия практически полностью исчерпали свой ресурс для улучшения, и двигателям нового поколения требуются другие покрытия. Для решения этой проблемы в лаборатории «Технологии покрытий и специальных свойств поверхностей» ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» были разработаны высокотемпературные покрытия на основе МАХ-фаз $Ti-Al-C$ и соединений системы $Y-Al-O$, которые обладают широкими перспективами применения в авиадвигателестроении.

Одной из перспективных керамических систем для использования в качестве покрытия сегодня считается система $Y-Al-O$, а одним из самых ее интересных представителей является ортоалюминат иттрия $YAlO_3$, который не

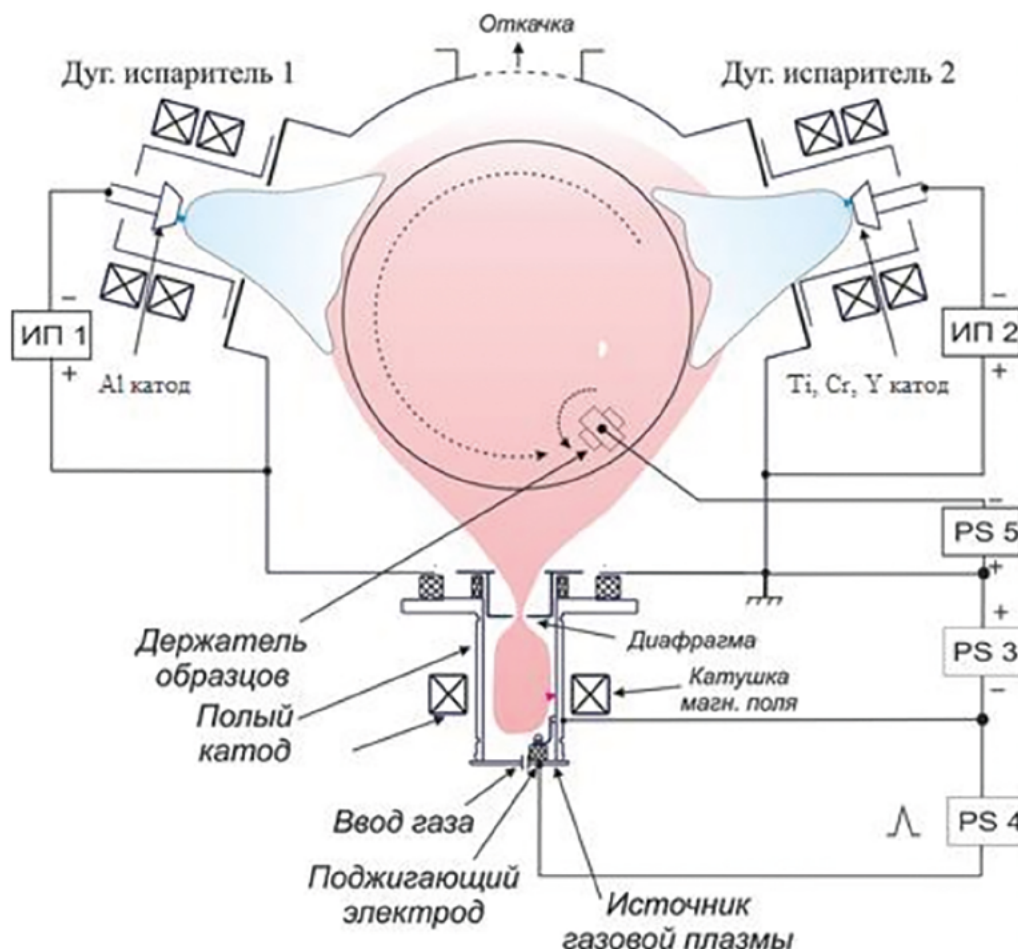


Рис. 1. Схема ионно-плазменной установки ННВ.6.6 – И1

имеет фазовых превращений в диапазоне от комнатной температуры вплоть до температуры плавления 1913 °С, что позволяет предположить отличную стабильность покрытия при термоциклировании, а также отсутствие напряжений и изменения объема при фазовых переходах, от чего страдают многие другие керамические системы. МАХ фазы представляют собой группу тройных гексагональных карбидов и нитридов с общей формулой $M_{n+1}AX_n$, где $n=1...3$, М – ранний переходный металл, А – элемент А-группы в периодической таблице элементов, Х – углерод или азот. Для этой группы соединений характерно уникальное сочетание физических и механических свойств, делающих их перспективными материалами в различных областях и располагающих их между металлами и керамикой. В отличие от существующих методов в данной разработке формирование покрытий происходит исключительно методом осаждения из плазмы ва-

куумного дугового разряда. Его применение позволяет управлять осаждением покрытия, изменяя режимы в широком диапазоне.

Плазменно-ассистированное нанесение покрытий проводилось на модернизированной установке ННВ-6,6-И1 (рис. 1). Применение генератора газовой плазмы «ПИНК» для ассистирования позволяет проводить очистку и активацию обрабатываемых поверхностей ионами рабочего газа дуговым разрядом низкого давления, нагрев обрабатываемых деталей потоком ионов. Обработка проводится при одновременном осаждении покрытия из двух электродуговых испарителей с однокомпонентными катодами с вращением рабочего стола.

При разработке покрытия авторы придерживались идеи в комбинации двух функциональных слоев: верхнего оксидного слоя системы Y-Al-O, который должен препятствовать распростране-

нию тепла внутрь материала, и внутреннего подслоя на основе МАХ фаз системы Ti-Al-C, предотвращающего окисление основного сплава, а также служащего демпфирующим слоем между относительно мягкой основой и хрупкой термобарьерной керамикой. Учитывая, что осаждение покрытий из сложных оксидов и МАХ-фаз с высоким их содержанием является нетривиальной задачей из-за определенных процессов и феноменов, отчасти присущих осаждению сложных соединений в принципе, при разработке покрытий также были проведены исследования с помощью синхротронного излучения. Данные исследования проводились в рамках Федеральной научно-технической программы развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019–2027 годы. Также на базе университета создан центр компетенций в области пучково-плазменной инженерии (рис. 2), цель которого — выполнение научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ в области передовых плазменных технологий модификации поверхности материалов, получения покрытий для машиностроения, авиастроения, авиадвигателестроения.

Использование синхротронного излучения для анализа фазового состава покрытия в процессе нагрева образцов позволяет в реальном времени и с высокой точностью отслеживать быстропотекающие структурно-фазовые превращения в покрытиях, описать механизмы их постепенной деградации, что дает возможность оптимизировать технологию осаждения этих покрытий. В результате такой съемки формируется серия рентгенограмм, которая позволяет получить важную информацию о начале образования определенной фазы. Данные исследования были применены для определения необходимой температуры отжига образцов с покрытием для формирования МАХ-фазы Ti_2AlC и оксидов $YAlO_3$. На рис. 3 показаны полученные серии рентгенограмм для покрытий Ti-Al-C и Y-Al-O в процессе их вакуумного отжига, которые были получены на источнике синхротронного излучения ВЭПП-3 в Институте ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН в Сибирском центре синхротронного излучения. Исследования показали, что для обоих покрытий после осаждения наблюдается аморфное состояние, образование фаз начинается при нагреве до температур выше 1100–1200 °С, при этом термическая стабильность данных фаз сохраняется вплоть до температуры 1400 °С.

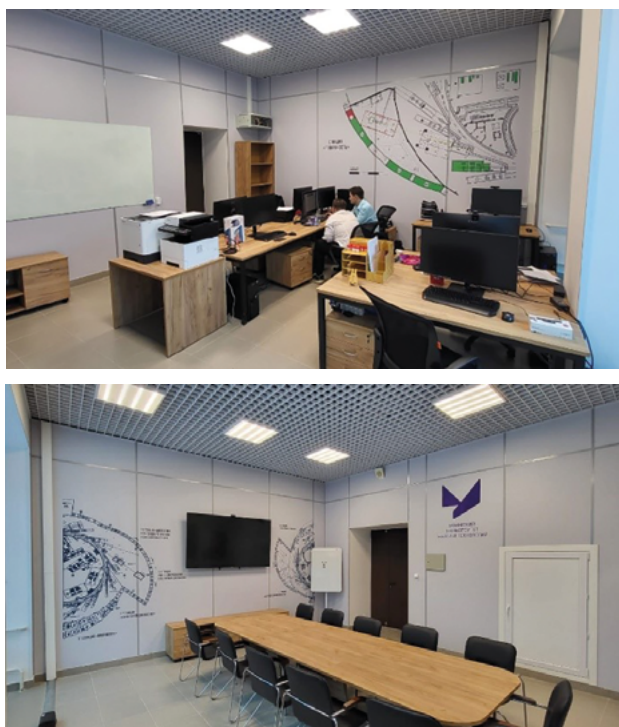


Рис. 2. Центр компетенций в области пучково-плазменной инженерии и синхротронного излучения

Столь высокая термическая стабильность данных фаз, безусловно, является значимым преимуществом и открывает возможность для превышения температуры эксплуатации деталей с подобными покрытиями. Для подтверждения такой возможности была проведена оценка жаростойкости данного покрытия в условиях как постоянного, так и термоциклического нагрева, имитирующего реальные условия работы деталей. Для этого покрытие было нанесено на жаропрочный никелевый сплав, промышленно используемый в газотурбинных установках. Нагрев проводился в условиях обдува высокотемпературным газовым потоком — продуктами сгорания сжиженных углеводородных газов. Рабочая температура газа составляла 1400 °С. В рамках данного эксперимента часть образцов подвергалась постоянному нагреву при данной температуре в течение 10 часов, другая часть подверглась циклу нагрев до 1400 °С и охлаждение до 150–200 °С. Результаты испытаний продемонстрировали возможность эксплуатации данного покрытия при температурах до 1400 °С. Таким образом, разработанное покрытие обладает преимуществом перед существующим решением на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия,

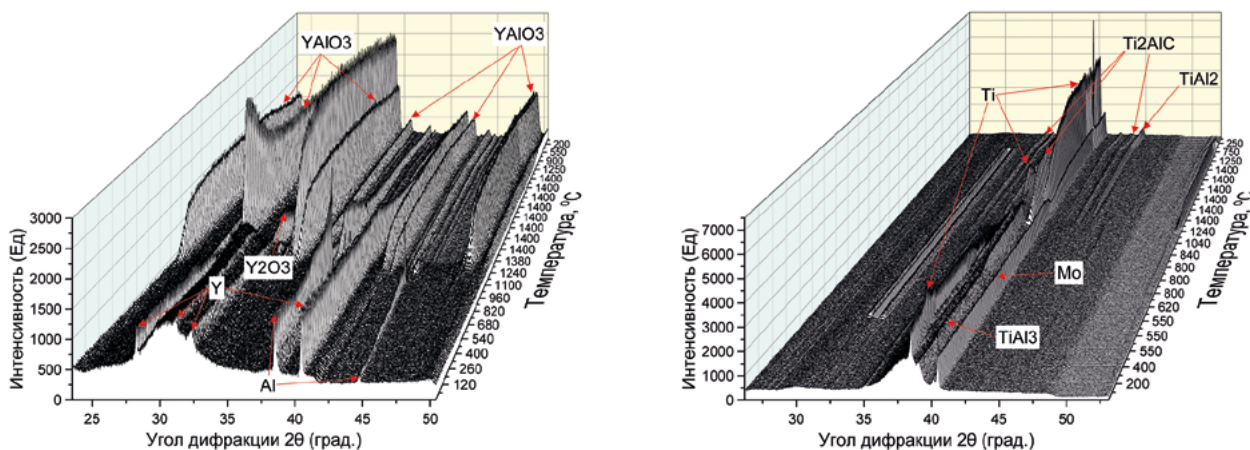


Рис. 3. Серия рентгенограмм в процессе нагрева образца с комбинированным покрытием TiAlC+YAlO на молибденовой подложке в вакууме в виде набора рефлексов в координатах «угол дифракции — интенсивность — температура»

которое начинает деградировать при температурах 1250–1300 °С. Для практического применения покрытий требуются дополнительные ресурсные испытания на реальных изделиях. В настоящее время группа начала отработку технологии получения данного покрытия для отечественных интерметаллидных титановых сплавов, а также продолжает работы по оптимизации архитектуры покрытия.

Области применения разработок

Данные покрытия могут быть использованы для защиты от высокотемпературного окисления интерметаллидных сплавов в компрессорах авиационных двигателей и никелевых сплавов в турбинах газотурбинных установок. В свою очередь газотурбинные установки применяются в авиационной промышленности в газотурбинных двигателях, в энергетическом машиностроении на турбинных машинах, в нефтегазовой промышленности на газоперекачивающих аппаратах. Также данные покрытия могут найти применение в качестве функциональных слоев в износостойких покрытиях для металлорежущих инструментов. Результаты нашей научной деятельности имеют прямое промышленное применение. Например, сейчас мы создаем совершенно новый состав покрытий для лопаток авиационных двигателей гражданского назначения. По направлению двигателей для газоперекачки мы отработали линию лопаток, которая уже проходит натурные испытания на предприятиях ПАО «Газпром».

Большие перспективы применения результатов представленных исследований открывает строительство центра коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»). Разработанные в ходе реализации проекта совместно с ИСЭ СО РАН In situ методики оценки структурно-фазового состояния при нагреве и росте покрытия, которые планируется реализовать на станции 1–2, значительно ускорят и улучшат работы по получению новых высокотемпературных материалов. На данный момент уже есть заинтересованность от корпорации ОДК к новым видам покрытий с улучшенными эксплуатационными свойствами, которые способны работать при высоких температурах. Для разработки таких покрытий необходимы комплексные исследования, позволяющие в процессе испытаний оценивать их структуру, фазовый состав и свойства. Для реализации таких возможностей совместно с ИСЭ СО РАН разрабатывается установка, позволяющая проводить In situ испытания жаростойкости высокотемпературных покрытий, которая также будет реализована в ЦКП «СКИФ». Успешная реализация проекта такой установки позволит не только проводить испытания для реальных деталей, которые потом будут эксплуатироваться в гражданской авиации, но будет знаменовать начало взаимодействия крупных промышленных предприятий и научных центров, работающих с ЦКП «СКИФ».

2



Химия и энергетика

54	Научно-образовательные проекты НГУ в области рентгеновских и синхротронных исследований
62	Разработка новых металл-ионных аккумуляторов с использованием возможностей проектируемой совместной станции Бел-СИ
69	Пояс внедрения ЦКП «СКИФ» — проект Центра масштабирования научных разработок «БиоКатТех» (ЦЕНТР «БиоКатТех»)
76	Синхротронные методы исследования — необходимый инструмент развития водородных технологий
81	Синхротронное излучение для решения задач нефтегазовой индустрии

НАУЧНО- ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ПРОЕКТЫ НГУ В ОБЛАСТИ РЕНТГЕНОВСКИХ И СИНХРОТРОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

N*

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет»

630090, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

Цыбуля Сергей Васильевич

доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой НГУ, главный научный сотрудник ИК СО РАН

tsybulya@catalysis.ru

Захаров Борис Александрович

доктор химических наук, доцент НГУ, старший научный сотрудник ИК СО РАН

b.zakharov@g.nsu.ru

Никулин Василий Викторович

заведующий лабораторией НГУ

v.nikulin@g.nsu.ru



ИНСТИТУТ КАТАЛИЗА
им. Г.К. БОРЕСКОВА

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 5

Булавченко Ольга Александровна

кандидат химических наук, старший преподаватель НГУ, старший научный сотрудник ИК СО РАН

obulavchenko@catalysis.ru



Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1

Сараев Андрей Александрович

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник ЦКП «СКИФ», старший преподаватель НГУ

asaraev@catalysis.ru

Шефер Кристина Ивановна

кандидат химических наук, ученый секретарь ЦКП «СКИФ», старший преподаватель НГУ

k.i.shefer@srf-skif.ru

Зубавичус Ян Витаутасович

доктор физико-математических наук, заместитель директора по научной работе ЦКП «СКИФ», старший преподаватель НГУ

ya.v.zubavichus@srf-skif.ru



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева Сибирского отделения Российской академии наук

630090, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 3

Ращенко Сергей Владимирович

кандидат геолого-минералогических наук, старший научный сотрудник ИГМ СО РАН, доцент НГУ

s.rashchenko@g.nsu.ru



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера СО РАН

630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 11

Блинов Владимир Евгеньевич

доктор физико-математических наук, декан физического факультета НГУ, заведующий лабораторией ИЯФ СО РАН

v.blinov@nsu.ru

В конце 2024 года планируется запуск источника синхротронного излучения поколения 4+ в Новосибирской области – Центра коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»). Это событие событие во многом определит и ускорит развитие науки и технологий в определённых областях, что предопределено рядом государственных документов (Указ Президента Российской Федерации от 25 июля 2019 г. № 356 «О мерах по развитию синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры в Российской Федерации», ред. 22.11.2023 № 877, Постановление Правительства РФ от 23 декабря 2019 г. N 1777 «Об осуществлении бюджетных инвестиций в проектирование и строительство объекта капитального строительства «Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»)», Постановление Правительства РФ от 16 марта 2020 г. № 287 «Об утверждении Федеральной научно-технической программы развития синхротронных и нейтронных исследований и исследовательской инфраструктуры на 2019–2027 годы»).

В настоящее время вокруг ЦКП «СКИФ» идет формирование пользовательского научного сообщества российских и зарубежных исследователей, активно использующих новые, во многом уникальные, экспериментальные возможности для решения актуальных задач и ответа на возникающие вызовы. Источник синхротронного излучения, в том числе, призван стать экспериментальной базой для подготовки, переподготовки, обучения кадров, центром притяжения научного и научно-педагогического сообщества страны. В мировой практике существуют большое количество примеров организации на международных источниках синхротронного излучения образовательных программ, реализуемых

в разных формах и ориентированных на разные уровни подготовки [1–3]. Новосибирский государственный университет (НГУ) является одним из ключевых вузов, готовящих кадры для СКИФ. Благодаря своим исключительным научным связям с институтами РАН и многолетнему опыту, именно НГУ может взять на себя функции подготовки специалистов по синхротронным методам исследований для различных направлений подготовки (физиков, биологов, химиков, материаловедов, геологов, археологов, медиков).

Программа развития Новосибирского государственного университета на 2021–2030 гг. [4] в качестве одного из важнейших приоритетов в рамках стратегического проекта «Радиационные технологии будущего» определяет подготовку кадров и организацию на базе университета и инфраструктуры ЦКП «СКИФ» синхротронных исследований по широкому спектру научных направлений, включая материаловедение, химию твердого тела и катализ, структурную биологию, минералогию, изучение объектов культурного наследия и др.

В 2022 г. четырьмя организациями – НГУ, Институтом ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН, ФИЦ «Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН», и ЦКП «СКИФ» – было подписано Соглашение о научном сотрудничестве, в котором определено, что «ключевой задачей НГУ является подготовка специалистов в области разработки, проектирования и строительства источников синхротронного и нейтронного излучения, а также научных кадров для проведения синхротронных и нейтронных исследований (работок) в целях получения научных результатов мирового уровня, прежде всего в связи с актуальными потребностями в квалифицированных кадрах для успешной реализации проекта СКИФ».

При поддержке программы «Приоритет-2030» в НГУ реализуется комплексный подход к решению этих задач, объединяющий:

- усилия по развитию соответствующей инфраструктуры для научно-образовательной деятельности университета, в том числе совместно с ЦКП «СКИФ»;
- создание новых образовательных программ;
- поддержку научных исследований с применением рентгеновских и синхротронных методов, в том числе студенческих исследовательских проектов;
- мероприятия, направленные на повышение квалификации и «синхротронной грамотности» потенциальных пользователей ЦКП «СКИФ».

Учебная деятельность является приоритетом классического университета. В НГУ сформирован полный цикл подготовки кадров (бакалавриат – магистратура – аспирантура – научные стажировки/научные школы) для выполнения исследований с использованием синхротронного излучения (СИ). На физическом факультете (ФФ) НГУ ведется специализированная подготовка бакалавров 3–4 курсов кафедрой физических методов исследования твердого тела: дисциплины по кристаллографии, рентгеновской дифракции, рентгеновской спектроскопии, источникам СИ. Организовано выполнение курсовых работ студентами ФФ на экспериментальных станциях Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения ИЯФ СО РАН. Начиная с 2022/23 учебного года, в учебные планы всего потока магистратуры ФФ НГУ (около восьмидесяти обучающихся) введены три новые дисциплины по проектированию исследовательских станций на источниках СИ и методам исследования с использованием СИ. К разработке и чтению этих дисциплин привлечены ведущие специалисты ЦКП «СКИФ» – д.ф.-м.н. Я. В. Зубавичус, к.х.н. А. В. Бухтияров, к.ф.-м.н. А. А. Сараев, к.х.н. О. А. Булавченко. Наряду с дисциплинами общеобразовательного уровня реализуются специализированные магистерские программы «Методическое обеспечение физико-химических исследований конденсированных фаз» (совместная программа ФЕН (факультет естественных наук) и ФФ НГУ, руководители д.х.н., проф. Е. В. Болдырева, д.ф.-м.н., проф. С. В. Цыбуля), «Синхротронные методы в материаловедении»

ФФ НГУ, в рамках которых магистранты соответствующих кафедр ФФ и ФЕН углубленно изучают рентгеновские спектральные и дифракционные методы исследования, специфику и возможности синхротронных экспериментов, методические подходы к интерпретации экспериментальных данных. В первую очередь, эти образовательные программы нацелены на подготовку специалистов, способных квалифицировано решать научные и прикладные задачи с использованием возможностей синхротронного эксперимента, развивать и совершенствовать аппаратно-методические возможности станций, разрабатывать методики интерпретации экспериментальных данных.

На многих кафедрах также существуют спецкурсы с углубленным изучением физических методов исследования, включающие методы с применением синхротронного излучения. Так, на ФЕН преподаются дисциплины «Методы дифракционных исследований», «Физические основы использования СИ», «Малоугловое рассеяние рентгеновского излучения и нейтронов», «Рентгенофлуоресцентный анализ», «Методы структурных исследований биомолекул и биологических объектов» (кафедра химии твердого тела), «Инструментальные методы и современные приборы для количественного анализа», «Методы элементного и структурного анализа» (кафедра аналитической химии), «Физические методы исследования в катализе и адсорбции» (кафедра катализа и адсорбции).

В декабре 2022 г. Ученым советом НГУ было принято решение о создании нового межфакультетского практикума по рентгеновским и синхротронным методам исследования, а в конце 2023 г. было закуплено первое оборудование – порошковые рентгеновские дифрактометры для учебного процесса и для выполнения научно-исследовательских работ бакалавров, магистрантов, аспирантов НГУ (Рисунок 1). Это существенно расширяет возможности для формирования навыков работы обучающихся с экспериментальными установками и обработки экспериментальных данных. Некоторые студенческие работы выполняются сейчас, как было сказано выше, на экспериментальных станциях ИЯФ СО РАН. Принципиально новые возможности для учебного процесса и научной деятельности должны появиться после введения в эксплуатацию СКИФ и, в частности, станции «Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов» (СКИФ-НГУ)» [5].

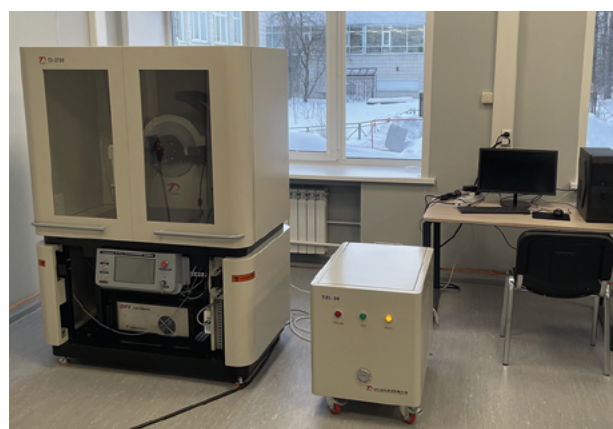


Рис. 1. Порошковые рентгеновские дифрактометры для межфакультетского практикума по рентгеновским и синхротронным методам исследования

Новосибирский государственный университет напрямую участвует в проектировании и комплектации этой станции. В 2023 г. по заказу НГУ выполнены предварительные проектные работы по разработке технической документации, необходимой для создания станции. На ней планируется реализовать исследования комплексом дифракционных и спектральных методов, включающих порошковую и монокристаллическую рентгеновскую дифракцию, спектроскопию рентгеновского поглощения и рентгенофлуоресцентный анализ. Будет обеспечена возможность выполнения как обра-

зовательных, так и научных задач. Для этого создаваемая станция должна соответствовать таким требованиям, как универсальность, простота в управлении, надежность, возможность демонстрации наглядных экспериментов и др. В настоящее время определен концептуальный дизайн станции (Рисунок 2), сформулированы требования к отдельным узлам и устройствам, начата закупка комплектующих. Создаваемая общими усилиями НГУ, ИК СО РАН, ИЯФ СО РАН учебно-исследовательская станция может начать функционировать сразу после запуска синхротронного комплекса.

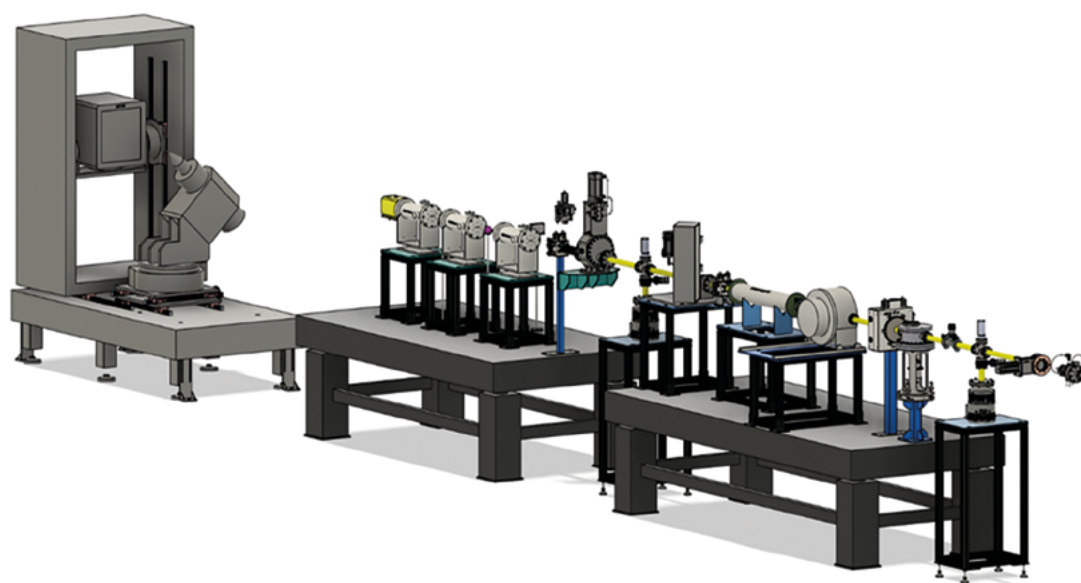


Рис. 2. Концептуальный проект станции «Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов» (СКИФ-НГУ)



Рис. 3. Общее фото участников конференции «Synchrotron Radiation Techniques for Catalysts and Functional Materials» (31 октября – 3 ноября 2022г.) и Школы молодых ученых по синхротронным методам исследования в материаловедении (2-3 ноября 2022г.), г. Новосибирск. Фото: Е.К. Казакова, ИК СО РАН

В 2022 и в 2023 гг. были успешно проведены Первая и Вторая Школы молодых ученых по синхротронным методам исследования в материаловедении, сопряженные по времени с Международной конференцией «Synchrotron Radiation Techniques for Catalysts and Functional Materials» (Новосибирск) и собравшие исследователей из 14 регионов страны (Рисунок 3). Эти мероприятия способствуют, в первую очередь, формированию научного сообщества в орбите ЦКП «СКИФ» и служат хорошей площадкой для обмена знаниями, методиками, повышения квалификации и создания научных коллабораций. Предполагается, что эта Школа станет ежегодной.

Одним из наиболее успешных мероприятий, реализуемых в НГУ в рамках подготовки кадров для синхротронных исследований, является проведение Конкурса научно-исследовательских проектов «Рентгеновские, синхротронные, нейтронные методы междисциплинарных исследований». Если в первый, 2022 год, проведения этого конкурса была оказана финансовая поддержка 27 студенческим и аспирантским проектам, то в 2023 году таких проектов было уже 39. Следует отметить широту направлений исследований, охватывающих различные области науки. В качестве примеров можно привести исследования структуры катализаторов («Структурная диагно-

стика нанесенных гетерогенных катализаторов $Ru/Ce_{1-x}Zr_xO_2$ с использованием рентгеновских дифракционных методов», аспирант Н. А. Харченко, научный руководитель к.х.н. В. П. Пахарукова), конструкционных материалов авиационного назначения («Оптимизация фазового состава пограничного слоя в лазерных сварных разнородных соединениях», аспирант И. Е. Витошкин, научный руководитель д.ф.-м.н. А. Г. Маликов), полупроводников («Разработка электронно-оптической системы спин-детектора Мотта для фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением», магистрант А. С. Микаева, «Изучение электронной структуры тонких плёнок Bi на поверхности $InAs(111)$ методом фотоэлектронной спектроскопии», магистрант Н. Ю. Соловова, научный руководитель к.ф.-м.н. В. А. Голяшов), молекулярных магнетиков («Поиск магнитно-структурных корреляций в серии комплексов $Cu(II)$ с нитроксильными радикалами», аспирант К. А. Смирнова, научные руководители — к.х.н. А. С. Богомяков, к.ф.-м.н. Г. А. Летягин.), минералов («Исследование влияния давления на несоразмерно модулированную кристаллическую структуру K -кимрита по данным синхротронной дифракции», аспирант А. В. Романенко, научный руководитель к.г.-м.н. С. В. Ращенко), препаратов медицинского назначения («Структурные исследования ряда соединений, обладающих потенциальной активностью в отношении ортопоксвирусов», бакалавры

А. А. Ивлев, С. А. Тищенко, научный руководитель к.х.н. С. Г. Архипов). Некоторые работы имели методический характер, и их результаты будут полезны при постанове исследовательских методик в ЦКП «СКИФ» («Разработка комплекса методик прецизионного определения тензора тепловой деформации кристаллической решетки», аспирант П. С. Серебренникова, научный руководитель д.ф.-м.н. С. А. Громилов; «Разработка программного обеспечения для планирования структурных дифракционных экспериментов», аспирант Д. А. Улыбин, научный руководитель к.х.н. В. Ю. Комаров). Исполнителями молодежных проектов в 2022–2023 гг. опубликовано 19 научных работ в зарубежных журналах и 13 в отечественных, представлено 56 докладов на международных конференциях и 99 на всероссийских, защищено 7 квалификационных работ бакалавров, 1 работа специалиста, 9 магистерских и 2 аспирантских выпускных работы, защищены 2 диссертации кандидатов наук. О проектах нескольких участников конкурса опубликованы материалы в федеральных и региональных СМИ (работы А. С. Микаевой и К. А. Смирновой). Вышла также статья на сайте НГУ о самом конкурсе в виде интервью с его организаторами и некоторыми участниками [6–8].

Молодежные проекты осуществлялись на базе научных лабораторий НГУ, в том числе имеющих статус совместных лабораторий с институтами СО РАН, а также в ходе прохождения научно-исследовательской практики в академических институтах. Благодаря привлечению большого числа молодых исследователей и поддержке со стороны программы «Приоритет-2030», научные подразделения НГУ, занимающиеся рентгеновскими, синхротронными и нейтронными исследованиями, получили новый импульс в своем развитии.

Основные научные тематики в этих подразделениях:

- фундаментальные аспекты исследования структуры твердых тел: химические и фазовые превращения в условиях высоких давлений, низких и высоких температур, механических нагрузок, воздействия излучения;
- материаловедение: фундаментальные основы направленного дизайна наноматериалов, а также новых способов их получения, обработки и диагностики *in situ* и *operando* с использованием рентгеновского и синхротронного излучения;



Рис. 4. Демонстрация существующего оборудования студентам. Фото: А.С. Аникина, ИК СО РАН

- генетические технологии: анализ пространственных структур ферментов репарации ДНК;
- развитие методов исследования: прототипирование синхротронных исследований на лабораторном оборудовании; методическое обеспечение синхротронных исследований.

В настоящее время в стадии проработки находится вопрос о создании Центра рентгеновских и синхротронных исследований НГУ – СКИФ (ЦРСИ НГУ – СКИФ) на площадях строящегося исследовательского корпуса НГУ.

Специализированные источники синхротронного излучения являются мощными инструментами для выполнения спектральных и дифракционных экспериментов, в основном, в рентгеновском диапазоне длин волн. С их помощью за короткое время можно получить огромный объем экспериментальных данных, однако эти эксперименты должны быть тщательно спланированы, а полученные данные —



Рис. 5. Лекция А.В. Бухтиярова для студентов о методах исследования с использованием СИ.
 Фото: А.С. Аникина, ИК СО РАН

квалифицировано обработаны и корректно интерпретированы. Опыт как отечественных, так и зарубежных синхротронных центров показывает принципиальную важность проведения пред- и постсинхротронных этапов исследований на лабораторных приборах с существенно большими временными затратами по сравнению с временем проведения собственно синхротронных измерений.

Предсинхротронные исследования включают синтез образцов, их характеризацию комплексом методов с целью отбора качественных и представительных проб, наиболее совершенных монокристаллов, если речь идет о рентгеноструктурном анализе, однородных с химической и структурной точек зрения пленок и т.д. Подготовка ряда экспериментов на СИ в определенных случаях также требует специальных подходов; для проведения исследований в условиях внешних воздействий (высокие температуры, давления, газовые среды, механические нагрузки, воздействие электрического тока, и др.) зачастую требуется разработка оригинальных камер и ячеек для их установки на станциях СИ. Однако предсинхротронный этап не сводится только к подготовке образцов или экспериментальной техники. Важно, что должны быть проведены исследования (зачастую достаточно длительные) на лабораторном рентгеновском оборудовании, после кото-

рых должны быть сформулированы требования к синхротронному эксперименту для решения конкретных задач (например, необходимость в высоком пространственном или временном разрешении и/или требования к фокусировке на малых площадках образца и/или принципиальная необходимость в регистрации слабых сигналов и т.п.), которые определяют выбор конкретных станций, методов и стратегии экспериментов на СИ. Для выполнения предсинхротронных исследований необходимо создание в НГУ соответствующей инфраструктуры, комплементарной инфраструктуре ЦКП «СКИФ».

Постсинхротронные исследования являются важнейшим этапом работы с полученными на синхротронных станциях экспериментальными данными, которые, как правило, представляют собой рентгеновские спектры и рентгеновские дифракционные картины, требующие высококвалифицированной интерпретации, увязки полученных результатов с другими (не синхротронными) методами исследования (электронная микроскопия, термический анализ, магнитные методы и т.д. в зависимости от решаемой задачи). Постсинхротронные исследования должны привести в конечном итоге к решению изначально поставленной научной, научно-технической, технологической задачи. Во многих случаях, как показывает опыт ра-

боты с экспериментальными данными, полученными в международных центрах СИ, в ИЯФ СО РАН и в Курчатовском институте, это занимает достаточно продолжительное время. Нередко приходится прибегать к повторным экспериментам на СИ, привлекать дополнительные методы для уточнения результатов, изучать литературные источники. Таким образом, постсинхротронные исследования, в подавляющем большинстве случаев, не могут быть проведены и по времени, и территориально непосредственно в Центре СИ (в нашем случае – в будущем ЦКП СКИФ).

Расширение собственной научно-исследовательской повестки НГУ подразумевает развитие тематик в области материаловедения, структурной биологии, минералогии, геофизики, археологии, предполагающих использование такого мощного ресурса, как ЦКП «СКИФ». Однако для их успешного интегрирования с возможностями ЦКП «СКИФ» в НГУ должны быть созданы условия для пред- и постсинхротронных исследований.

Центр РСИ НГУ – СКИФ должен стать базой для выполнения квалификационных работ бакалавров, магистрантов, аспирантов НГУ различных направлений подготовки, повышения квалификации и переподготовки кадров в области рентгеновских и синхротронных методов исследования.

Важно, что НГУ в настоящее время активно участвует в создании учебно-исследовательской станции в ЦКП «СКИФ». Центр РСИ НГУ должен обеспечить совместную с ЦКП «СКИФ» эксплуатацию этой станции, и прежде всего, в интересах учебного процесса, проектной деятельности обучающихся.

При наличии необходимой экспериментальной базы в НГУ и в ЦКП «СКИФ» и с учетом имеющихся квалифицированных кадров Центр РСИ сможет предлагать услуги сторонним организациям для проведения пред- и постсинхротронных исследований в режиме ЦКП. В первую

очередь, это важно для представителей инновационных компаний и предприятий реального сектора экономики, ставящих перед научными коллективами вытекающие из производственных потребностей материаловедческие и/или технологические задачи. Эти задачи должны быть предварительно осознаны с точки зрения необходимости проведения тех или иных исследований и переведены на язык конкретных экспериментов с использованием СИ, способных помочь решению поставленных задач, с последующим ответственным анализом результатов синхротронных измерений.

Новосибирский государственный университет ставит перед собой амбициозную цель занять лидерские позиции в области синхротронных исследований и подготовки научно-исследовательских кадров с уникальными компетенциями.

Список источников

1. A. Lanzirotti, Focus on Synchrotron Education Initiatives, Synchrotron Radiation News, V. 26. I. 1. (2013) P. 2–4. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753768>.
2. T.L. Walker, R.I.R. Blyth, Inquiry for Inspiration: The Students on the Beamlines Program at the Canadian Light Source. Synchrotron Radiation News. 2013. V. 26. I. 1. P 21–24. <https://doi.org/10.1080/08940886.2013.753778>.
3. hercules-school.eu
4. <https://education.nsu.ru/priority2030/#strategic-projects>
5. Булавченко О.А., Винокуров З.С., Селютин А.Г., Мищенко Д.Д., Сараев А.А., Гольденберг Б.Г., Цыбуля С.В., Зубавичус Я.В. Концептуальный дизайн экспериментальной станции 1–7 СКИФ-НГУ "Базовые методы синхротронной диагностики для образовательной, исследовательской и инновационной деятельности студентов" // Журнал структурной химии. 2023. Т. 64. № 7. 113304:1–11. DOI: 10.26902/JSC_id113304
6. Участники Молодежного конкурса «Рентгеновские, синхротронные, нейтронные методы междисциплинарных исследований» – о своих исследованиях <https://www.nsu.ru/n/media/news/nauka/uchastniki-molodezhnogo-konkursa-rentgenovskie-sinkhrotronnye-neytronnye-metody-mezhdistsiplinarykh/>.
7. Разработку студентки НГУ могут применить на уникальной научной установке СКИФ <https://nauka.tass.ru/nauka/19352287>.
8. Российская студентка придумала, как импортозаместить компоненты СКИФа. Студентка НГУ разработала 3D-модель этой системы <https://www.ferra.ru/news/techlife/rossiiskaya-studentka-pridumala-kak-importozamestit-komponenty-skifa-23-11-2023.htm>.

РАЗРАБОТКА НОВЫХ МЕТАЛЛ-ИОННЫХ АККУМУЛЯТОРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ПРОЕКТИРУЕМОЙ СОВМЕСТНОЙ СТАНЦИИ БЕЛ-СИ



Государственное научно-производственное объединение «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению»

220072, Республика Беларусь, г. Минск, ул. Петруся Бровки, д. 19, пом. 5



Национальная академия наук Беларуси

220072, Республика Беларусь, г. Минск, пр. Независимости, 66

Карпинский Дмитрий Владимирович

доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией оксидных материалов «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»

тел.: +375-17-378-11-68, dmitry.karpinsky@gmail.com

Рязанов Игорь Владимирович

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физико-химических технологий «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»

Новиков Владимир Прокофьевич

кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией физико-химических технологий «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»

Труханов Алексей Валентинович

академик-секретарь отделения химии и наук о Земле НАН Беларуси, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»

Федосюк Валерий Михайлович

член-корреспондент НАН Беларуси, доктор физико-математических наук, профессор, генеральный директор «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»



Белорусский государственный университет

220030, Республика Беларусь, г. Минск, пр. Независимости, 66

Щербаков Сергей Сергеевич

академик-секретарь отделения физико-технических наук НАН Беларуси, доктор физико-математических наук, профессор

Аннотация

Коллектив ученых из НПЦ НАН Беларуси по материаловедению и ЦКП «СКИФ» разработал новые материалы, перспективные для использования в качестве электродов в металл-ионных аккумуляторах. Разработанный материал анода представляет собой частично разупорядоченный углеродный материал, получаемый пиролизом при температуре >1000 °С неграфитизирующихся предшественников. Структурно твердый углерод состоит из графитоподобных фрагментов с увеличенным межслоевым расстоянием и разупорядоченного углерода, а также характеризуется наличием закрытых

пор, играющих ключевую роль в накоплении натрия. Рассмотрены особенности структуры, кинетики роста и разрушения твёрдоэлектродного межфазного слоя, образующегося на поверхности анода при циклах зарядки-разрядки анодов из твёрдого углерода. В качестве катодных материалов натрий-ионных аккумуляторов рассмотрены аналоги берлинской лазури, исследованы процессы трансформации структуры берлинской лазури при электрохимическом окислении-восстановлении, условия формирования вакансий и методы удаления сорбированной воды из структуры материала.

Ключевые слова: ферроцианиды, синтез, структура, натрий-ионный аккумулятор.

Введение

Мировой рынок аккумуляторов характеризуется интенсивным ростом, одним из главных драйверов которого являются электромобили. В настоящее время литий-ионная технология является основной для накопителей энергии новых электрических транспортных средств. Эта технология непрерывно развивается и модернизируется последние 30 лет, чему способствует непрерывный рост рыночного спроса. Совершенствование технологии и рост объёмов производства, в свою очередь, обеспечивали и практически непрерывное снижение стоимости литий-ионных аккумуляторов в эти десятилетия [1]. Однако на текущем уровне развития литий-ионной технологии дальнейшее снижение себестоимости аккумуляторов и рост их производства начинают упираться в проблему масштабирования добычи лития и соответствующих ценовых колебаний в ходе ресурсных кризисов. В связи с этим большое внимание начинает уделяться альтернативным металл-ионным аккумуляторам.

В настоящее время натрий-ионная технология признается наиболее перспективной альтернативой вследствие частичной совместимости с производственными процессами изготовления литий-ионных аккумуляторов, большей доступности сырья и его потенциально более низкой стоимости при условии масштабирования до уровня массового производства [2]. Принцип работы натрий-ионного аккумулятора в наиболее близком к коммерциализации исполнении во многом схож с принципом работы литий-ионных аккумуляторов. Так, в процессе работы аккумулятора на положительном электроде происходит окисление-восстановление переходного металла (например, Fe, Mn, Co, V).

Процесс сопровождается высвобождением в электролит либо обратным захватом из электролита катионов щелочного металла. На отрицательном электроде при этом происходит окисление-восстановление уже самого щелочного металла с образованием соединения внедрения в углеродной матрице. В качестве такой матрицы в случае лития выступает в основном графит, а в случае натрия — так называемый твёрдый углерод (hard carbon в англоязычной литературе [3]). Таким образом происходит перенос катионов щелочного металла с катода на анод и в обратном направлении через органический электролит, содержащий соль этого же щелочного металла.

Несмотря на схожесть базовой архитектуры с литий-ионной технологией, натрий-ионные аккумуляторы требуют подбора и разработки новых электролитов и новых электродных материалов. С 2022 года НПЦ НАН Беларуси по материаловедению начал проводить работы в этой области, в частности заниматься синтезом и исследованием катодных и анодных материалов, разработкой прототипов ячеек натрий-ионных аккумуляторов. Настоящая статья посвящена описанию тех научных и технологических задач в области натрий-ионных аккумуляторов, которые позволит решить проектируемая в настоящее время совместная станция Бел-СИ ЦКП «СКИФ», в число функциональных возможностей которой предлагается включить диффракционные методы исследования структуры материалов натрий-ионных и, в более широком смысле, металл-ионных аккумуляторов в режиме *operando*, то есть в процессе работы ячеек аккумулятора.

Отрицательный электрод (анод)

Графит, являющийся наиболее распространенным анодным материалом для литий-ионных аккумуляторов, в натрий-ионных не работает. Так, максимальная ёмкость графита в случае интеркаляции лития составляет 372 мА·ч/г, что соответствует соединению внедрения первой ступени LiC_6 , а в случае натрия — достигает лишь 35 мА·ч/г (соединение внедрения существенно более высокой ступени NaC_{64}) [4]. В качестве объяснения в литературе зачастую приводится увеличенный размер иона натрия по сравнению с литием, однако ёмкость графита по калию, обладающему ионом ещё большего размера, составляет 279 мА·ч/г [4]. Таким образом, это объяснение является некорректным упрощением гораздо более сложного меха-

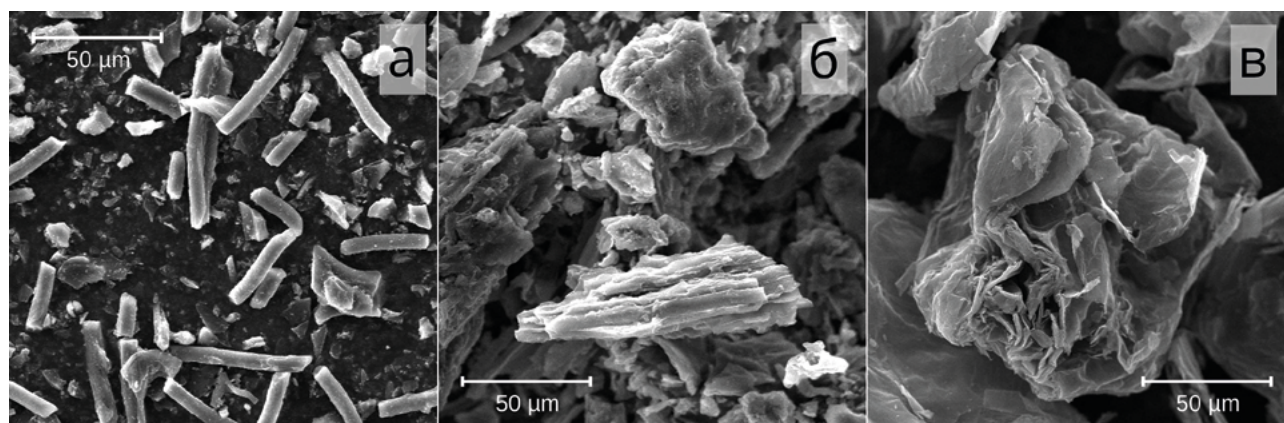


Рис. 1. Изображения РЭМ углеродных материалов, синтезированных пиролизом синтетического полимера (а), пиролизом лигнина (б) и эксфолиацией и аморфизацией графита (в)

низма термодинамической нестабильности соединений внедрения натрия в графите [5].

Твёрдый углерод (hard carbon) на данный момент является наиболее перспективным анодным материалом для натрий-ионных аккумуляторов [6]. Твёрдый углерод представляет собой частично разупорядоченный углеродный материал, получаемый пиролизом при температуре >1000 °С неграфитизирующихся предшественников, таких как различные виды биомассы, смолы, отработанные шины и т.д. (рисунок 1). Необходимо отметить, что методика синтеза твёрдого углерода пиролизом при высоких температурах характеризуется большим энергопотреблением и высоким уровнем эмиссии парниковых и токсичных газов, включая оксиды углерода или, например, серы. Поэтому перспективным направлением является поиск новых способов синтеза углеродных материалов со структурой, близкой к структуре твёрдого углерода, но путём от обратного – реструктурирования и аморфизации графита.

Структурно твёрдый углерод состоит из графитоподобных фрагментов с увеличенным межслоевым расстоянием и разупорядоченного углерода, а также характеризуется наличием закрытых пор, играющих важную роль в накоплении натрия (рисунок 2). Микроструктура и, соответственно, электрохимические свойства твёрдого углерода сильно отличаются в зависимости от используемого предшественника и процедуры синтеза. При этом в литературе уже описаны варианты твёрдого углерода с ёмкостью >300 мА·ч/г и достаточно стабильным её удержанием при циклировании [4]. Именно

твёрдый углерод указывается в качестве материала отрицательного электрода для всех коммерческих прототипов натрий-ионных аккумуляторов, заявленных в последние пару лет такими компаниями и стартапами, как Faradion, HiNa, BYD, CATL [6].

Форма кривых гальваностатического заряда-разряда твёрдого углерода в качестве анода натрий-ионного аккумулятора зачастую характеризуется наличием как минимум двух отличающихся участков (рисунок 2). На начальной стадии зарядки и соответствующей ей конечной стадии разрядки изменение уровня заряда сопровождается существенным изменением потенциала электрода в диапазоне, достигающем 1 В. На конечной же стадии зарядки и соответствующей ей начальной стадии разрядки наблюдается плато потенциала, обычно в пределах 100 мВ.

При этом в литературе до сих пор не сформировалось консенсуса касательно однозначного сопоставления данных участков конкретным процессам накопления натрия: в некоторых источниках плато потенциала электрода относят к внедрению натрия в межслоевое пространство графитоподобных участков, в то время как в других – заполнению закрытых внутренних пор [3]. Необходимо отметить, что с учётом большого разнообразия используемых для синтеза твёрдого углерода предшественников и, соответственно, их микроструктуры, интерпретация для разных видов материала действительно может быть разной.

Описанный вопрос структурной интерпретации различных стадий зарядки-разрядки твёрдого

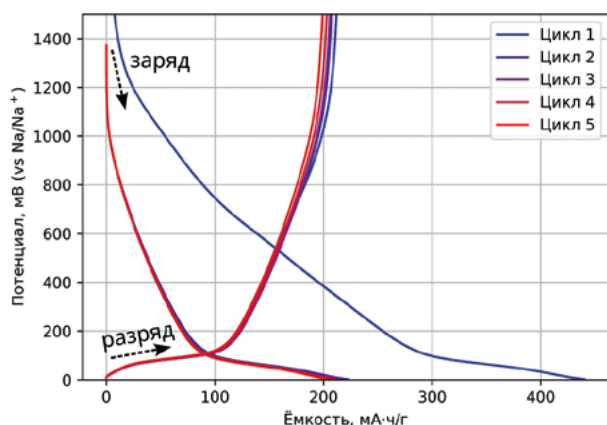


Рис. 2. Пример кривых гальваностатической зарядки-разрядки твердого углерода, полученного пиролизом лигнина, и схематическое изображение структуры твердого углерода и возможных вариантов накопления в ней натрия

углерода имеет и важное прикладное значение. Так, наличие стадии с изменением потенциала электрода в диапазоне до 1 В приводит к большому диапазону рабочего напряжения аккумулятора с таким анодом, снижая таким образом накапливаемую энергию и усложняя электронику. Поэтому оптимизация структуры углеродных анодных материалов должна идти не только в направлении наращивания их ёмкости, но и увеличения доли плато потенциала на зарядно-разрядных кривых, что затруднительно без четкой структурной интерпретации. Исследование углеродных анодных материалов дифракционными методами *operando*, то есть в процессе работы, является одним из наилучших подходов к решению данной задачи.

Вторым не менее важным вопросом в случае разработки анодных материалов натрий-ионных аккумуляторов является изучение структуры, кинетики роста и разрушения твердоэлектролитного межфазного слоя, образующегося на поверхности анода. По степени важности для литий-ионных и натрий-ионных аккумуляторов данный элемент субмикронной толщины может рассматриваться как один из основных компонентов аккумулятора в одном ряду с катодом, анодом и сепаратором. Твердоэлектролитный межфазный слой (*solid electrolyte interphase*, SEI в англоязычной литературе) образуется на поверхности анода за счёт разложения составляющих электролита и может включать такие соединения, как, например, карбонаты, фториды, оксиды, гидроксиды и алкил карбонаты натрия (или лития) [7]. Этот процесс можно отчетливо наблюдать на первом цикле зарядки-разрядки анодов из

твердого углерода (рисунок 2), кулоновская эффективность которого зачастую бывает ниже 50% за счёт протекания необратимой реакции разложения электролита.

С одной стороны, образующийся на аноде твердоэлектролитный слой затрудняет диффузию ионов натрия из электролита в объём электродного материала и приводит к снижению ёмкости ячейки за счёт необратимого расходования части электролита. С другой стороны, именно этот непроводящий слой предотвращает дальнейшее разложение электролита на аноде в процессе работы аккумулятора, ограничивая диффузию через себя ионами натрия без сольватной оболочки. Состав, структура, толщина, стабильность твердоэлектролитного слоя влияют на большинство характеристик аккумулятора и при этом могут изменяться в зависимости от условий циклирования. Поэтому исследование данных процессов целесообразно именно в режиме *operando*, то есть в процессе работы ячейки аккумулятора, что планируется выполнять на оборудовании, разрабатываемом для совместной станции Бел-СИ.

Положительный электрод (катод)

К наиболее перспективным катодным материалам для натрий-ионных аккумуляторов относятся аналоги берлинской лазури, полианионные соединения, слоистые оксиды переходных металлов [8]. Среди этих материалов большой интерес вызывают аналоги берлинской лазури, в частности ферроцианиды переходных металлов. Например, ферроцианид железа-натрия имеет теоретическую ёмкость около 170 мА ч/г,

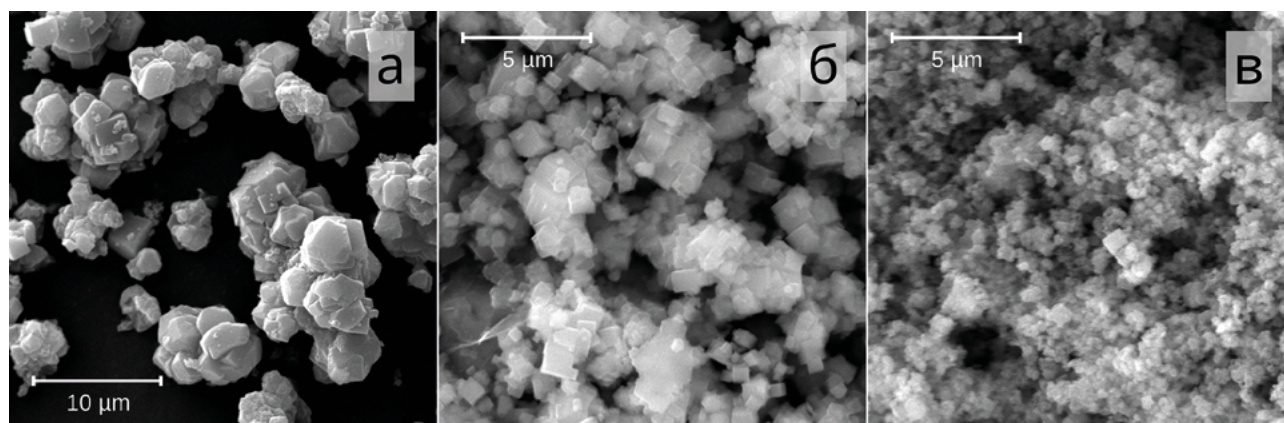
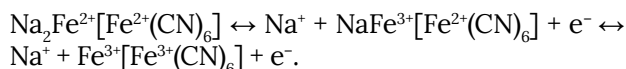
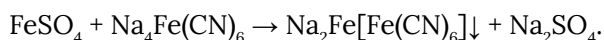


Рис. 3. Изображения РЭМ аналогов берлинской лазури: ферроцианид железа (а), ферроцианид цинка (б), ферроцианид марганца (в)

потенциал окислительно-восстановительных реакций железа более 3 В относительно Na/Na⁺ и не имеет в составе элементов редких или подверженных сильным колебаниям цен на сырьё [9]. В упрощённом виде электродная реакция для данного катодного материала может быть записана следующим образом



Синтез ферроцианидов переходных металлов прост, дешёв и масштабируем. Так, наиболее базовая методика синтеза заключается в реакции водного раствора соли переходного металла с водным раствором ферроцианида натрия и не требует никакого специального оборудования. Например, синтез ферроцианида железа-натрия можно проводить следующим образом:



В описанном простейшем случае синтеза образуются кристаллиты размером порядка десятков нанометров, однако определёнными химическими и технологическими приёмами можно добиться роста и более крупных кристаллов, достигающих размера более микрометра (рисунок 3). Например, введение в раствор дополнительных лигандов, таких как Трилон Б, натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы или цитрат натрия, образующих хелатные комплексы с катионами переходного металла, снижает их термодинамическую активность, влияя таким образом на размеры и дефектность растущих кристаллов [10].

Аналоги берлинской лазури характеризуются двойной перовскитной структурой, построенной на основе координационных связей между цианидными группами C≡N и катионами переходных металлов (рисунок 4). Благодаря такому каркасному строению данные соединения обеспечивают эффективную интеркаляцию ионов натрия и остаются устойчивыми к коллапсу структуры при их полном удалении в окисленном состоянии.

В реальности структура аналогов берлинской лазури включает в себя также вакансии и структурную воду. В общем виде формула может быть записана как Na_xMe[Fe(CN)₆]_y□_{1-y}·zH₂O, где □ — это вакансия Fe(CN)₆. При этом наличие одной подобной вакансии обеспечивает до шести молекул воды, координационно связанных с катионами переходного металла. Кроме этого в структуре может присутствовать и связанная с катионами натрия внутрислойная, а также поверхностно сорбированная вода. Удаление структурной воды не является простым и очевидным процессом. Так, сушка, в том числе вакуумная, может приводить к гидролизу переходного металла в составе соединения с образованием его гидроксидов и соответствующим снижением ёмкости материала. Наличие же воды в ячейке натрий-ионного аккумулятора приводит к ускорению её деградации, например, в случае использования электролита на основе NaPF₆ и линейных карбонатов за счёт образования в ячейке плавиковой кислоты [11]. Наличие воды существенно влияет и на кристаллическую структуру материала. Так, например, для Na_xMn[Fe(CN)₆] удаление остаточной воды приводит к изменению кристаллической решётки с моноклинной

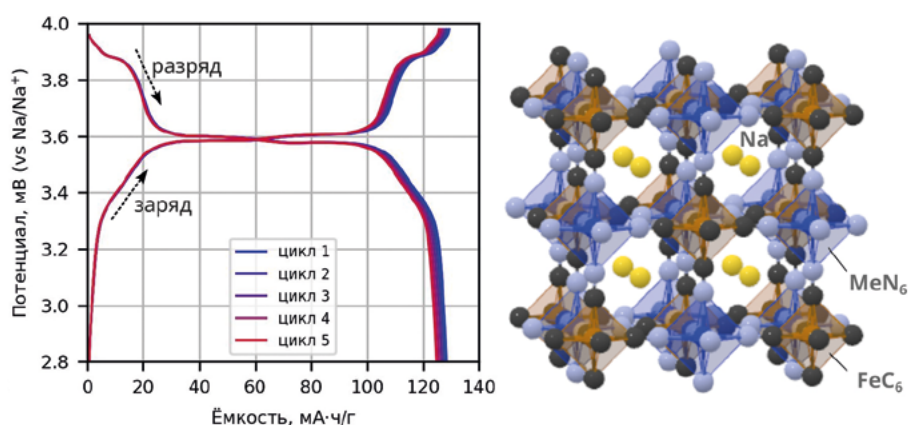


Рис. 4. Пример кривых гальваностатической зарядки-разрядки аналога берлинской лазури (ферроцианид марганца натрия) и схематическое изображение структуры аналога берлинской лазури с общей формулой $\text{Na}_x\text{Me}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, где Me — переходной металл

на ромбоэдрическую [12], а для $\text{Na}_x\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ — с кубической на ромбоэдрическую [13].

Окисление-восстановление переходных металлов в процессе работы аналогов берлинской лазури в качестве катодного материала натрий-ионного аккумулятора сопровождается трансформациями кристаллической структуры материала. К примеру, $\text{Na}_x\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ проходит через три стадии в процессе зарядки-разрядки: ромбоэдрической, кубической и тетрагональной кристаллической решётки [13], а $\text{Na}_x\text{Mn}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ — через стадии ромбоэдрической и тетрагональной кристаллической решётки [12]. Кроме остаточной структурной воды, существенное влияние на аналоги берлинской лазури оказывает и контакт с атмосферой. Так, даже кратковременная экспозиция $\text{Na}_x\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ во влажной атмосфере может приводить к образованию на поверхности кристаллитов гидроксида натрия и частичному окислению железа в составе соединения. Более продолжительный контакт влечет поверхностное разложение соединения с образованием ферроцианида натрия и оксидов железа с соответствующей деградации ёмкости [14].

Выводы

Разработаны новые перспективные материалы для использования в качестве электродов натрий-ионных аккумуляторов. Материал анода представляет собой частично разупорядоченный углеродный материал, состоящий из графитоподобных фрагментов с увеличенным межслоевым расстоянием и разупорядоченного углерода с закрытыми порами, что является ключевым фактором для накопле-

ния натрия. В качестве материалов катода рассмотрены аналоги берлинской лазури, исследованы процессы трансформации структуры берлинской лазури при электрохимическом окислении-восстановлении, условия формирования вакансий и методы удаления сорбированной воды из структуры материала, описаны особенности структуры, кинетики роста и разрушения твёрдоэлектролитного межфазного слоя, образующегося на поверхности анода при циклах зарядки-разрядки анодов из твёрдого углерода. Значительная часть описанных задач требует дальнейших исследований в режимах *in situ* и *operando* с использованием методов дифракции и спектроскопии синхротронного излучения, что согласуется с планом разработки оборудования, проектируемого на совместной станции Бел-СИ ЦКП «СКИФ».

Литература

1. Frith, J. T. A Non-Academic Perspective on the Future of Lithium-Based Batteries / J. T. Frith, M. J. Lacey, U. Ulissi // Nat. Commun. — 2023. — Vol. 14, No. 1. — P. 420.
2. Zhen, X. Toward Emerging Sodium-Based Energy Storage Technologies: From Performance to Sustainability / X. Zhen, J. Wang // Adv. Ener. Mater. — 2022. — Vol. 12. — P. 2201692.
3. Shao, W. Hard Carbon Anodes for Sodium-Ion Batteries: Recent Status and Challenging Perspectives / W. Shao, H. Shi, X. Jian, Z.-S. Wu, F. Hu // Adv. Ener. Sustain. Res. — 2022. — Vol. 3, No. 7. — P. 2200009.
4. Alvira, D. Plant-Derived Hard Carbon as Anode for Sodium-Ion Batteries: A Comprehensive Review to Guide Interdisciplinary Research / D. Alvira, D. Antorán, J. J. Manyà // Chem. Eng. J. — 2022. — Vol. 447. — P. 137468.



Рис. 5. Подписание меморандума о научно-техническом сотрудничестве между руководителем отделения физико-технических наук НАН Беларуси и директором ЦКП «СКИФ». С. С. Щербakov (справа) — академик-секретарь отделения физико-технических наук НАН Беларуси; Е. Б. Левичев — директор ЦКП «СКИФ»

5. Lenchuk, O. New insights into the origin of unstable sodium graphite intercalation compounds / O. Lenchuk, P. Adelhelm, D. Mollenhauer // *Phys. Chem. Chem. Phys.* — 2019. — Vol. 21. — P. 19378–19390.
6. Alternative Battery Technologies Roadmap 2030+ [Electronic resource] / Fraunhofer ISI, 2023. — Mode of access: <https://www.isi.fraunhofer.de/content/dam/isi/dokumente/cct/2023/abt-roadmap.pdf>. — Date of access: 10.12.2023.
7. Meda, U. S. Solid Electrolyte Interphase (SEI), a Boon or a Bane for Lithium Batteries: A Review on the Recent Advances / U. S. Meda, L. Lal, S. M., P. Garg // *J. Ener. Storage.* — 2022. — Vol. 47. — P. 103564.
8. Gupta, P. Understanding the Design of Cathode Materials for Na-Ion Batteries / P. Gupta, S. Pushpakanth, M. A. Haider, S. Basu // *ACS Omega.* — 2022. — Vol. 7, No. 7. — P. 5605–5614.
9. Zhou, A. Hexacyanoferrate-Type Prussian Blue Analogs: Principles and Advances Toward High-Performance Sodium and Potassium Ion Batteries / A. Zhou, W. Cheng, W. Wang, Q. Zhao, J. Xie, W. Zhang, H. Gao, L. Xue, J. Li // *Adv. Ener. Mater.* — 2021. — Vol. 11, No. 2. — P. 2000943.
10. Jiang, M. Balanced Coordination Enables Low-Defect Prussian Blue for Superfast and Ultrastable Sodium Energy Storage / M. Jiang, Z. Hou, J. Wang, L. Ren, Y. Zhang, J.-G. Wang // *Nano Ener.* — 2022. — Vol. 102. — P. 107708.
11. Edge, J. S. Lithium Ion Battery Degradation: What You Need to Know / J. S. Edge, S. O’Kane, R. Prosser, N. D. Kirkaldy, A. N. Patel, A. Hales, A. Ghosh, W. Ai, J. Chen, J. Yang, S. Li, M.-C. Pang, L. Bravo Diaz, A. Tomaszewska, M. W. Marzook, K. N. Radhakrishnan, H. Wang, Y. Patel, B. Wu, G. J. Offer // *Phys. Chem. Chem. Phys.* — 2021. — Vol. 23, No. 14. — P. 8200–8221.
12. Song, J. Removal of Interstitial H₂O in Hexacyanometallates for a Superior Cathode of a Sodium-Ion Battery / J. Song, L. Wang, Y. Lu, J. Liu, B. Guo, P. Xiao, J.-J. Lee, X.-Q. Yang, G. Henkelman, J. B. Goodenough // *J. Am. Chem. Soc.* — 2015. — Vol. 137, No. 7. — P. 2658–2664.
13. Wang, W. Reversible Structural Evolution of Sodium-Rich Rhombohedral Prussian Blue for Sodium-Ion Batteries / W. Wang, Y. Gang, Z. Hu, Z. Yan, W. Li, Y. Li, Q.-F. Gu, Z. Wang, S.-L. Chou, H.-K. Liu, S.-X. Dou // *Nat. Commun.* — 2020. — Vol. 11, No. 1. — P. 980.
14. Ojwang, D. O. Moisture-Driven Degradation Pathways in Prussian White Cathode Material for Sodium-Ion Batteries / D. O. Ojwang, M. Svensson, C. Njel, R. Mogensen, A. S. Menon, T. Ericsson, L. Häggström, J. Maibach, W. R. Brant // *ACS Appl. Mater. Interfaces.* — 2021. — Vol. 13, No. 8. — P. 10054–10063.

ПОЯС ВНЕДРЕНИЯ ЦКП «СКИФ» — ПРОЕКТ ЦЕНТРА МАСШТАБИРОВАНИЯ НАУЧНЫХ РАЗРАБОТОК «БИОКАТТЕХ» (ЦЕНТР «БИОКАТТЕХ»)



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630090, г. Новосибирск,
пр. Академика Лаврентьева, 5

Яковлев Вадим Анатольевич

доктор химических наук, руководитель Инжинирингового центра ИК СО РАН

тел.: (383) 326-96-50, yakovlev@catalysis.ru

В рамках создания пояса технологических компаний и центров компетенций вокруг ЦКП «СКИФ» в целях развития сквозных технологий на первом этапе предлагается проект «БиоКатТех» на базе двух центров компетенций. Они будут решать задачи трансформации фундаментальных заделов, полученных по проекту СКИФ, в технологии, ориентированные, в первую очередь, на импортозамещение и опережающее технологическое развитие для ключевых отраслей экономики РФ: нефте- и газоперерабатывающая, химическая, фармакологическая промышленность, сельское хозяйство (включая животноводство).

Проект Центра «БиоКатТех» включает технологические площадки «Опытное производство катализаторов» («ОПК») и «Центр генетических



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт Цитологии и Генетики Сибирского отделения Российской академии наук»

630090, г. Новосибирск,
пр. Академика Лаврентьева, 10

Куценогий Пётр Константинович

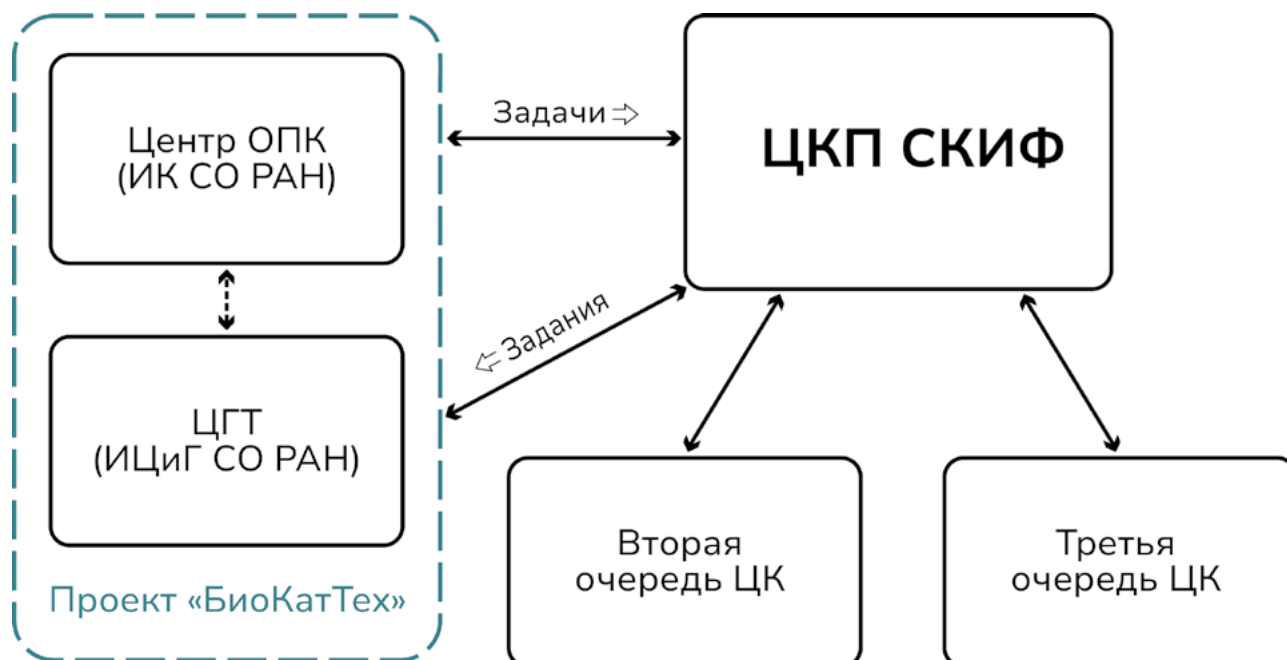
кандидат физико-математических наук, заместитель директора по инновационной деятельности ИЦиГ СО РАН

тел.: (383) 363-49-82*1135, kutsenogiy@bionet.nsc.ru

технологий» («ЦГТ»), нацеленные на разработку производства востребованных отечественной промышленностью химических катализаторов и ферментов (биокатализаторов).

«ОПК» Федерального исследовательского центра «Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН» (ФИЦ «ИК СО РАН») включает:

1. Корпус «Опытное производство катализаторов» в составе секций:
 - подготовки сырья,
 - приготовления носителей и катализаторов,
 - формовки и термообработки,



- аналитического контроля и охарактеризования катализаторов.
2. Корпус «Установки высокого давления» в составе технологических установок с различными типами реакторов:
- адиабатического типа,
 - трубчатого типа,
 - трехфазного типа,
 - с псевдооживленным слоем,
 - автоклавного типа
 - и др.

Гибкое малотоннажное производство на основе блочно-модульного принципа, состоящее из 7 блоков, которые включают 33 отдельных модуля (узла, участка), позволит реализовать на опытном уровне практически любую технологию производства катализаторов.

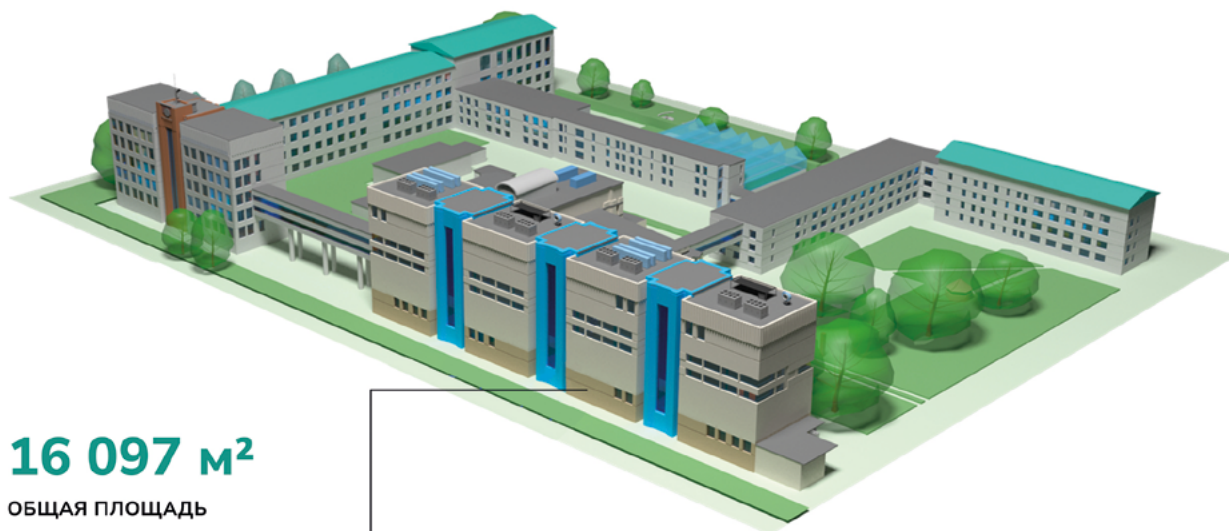
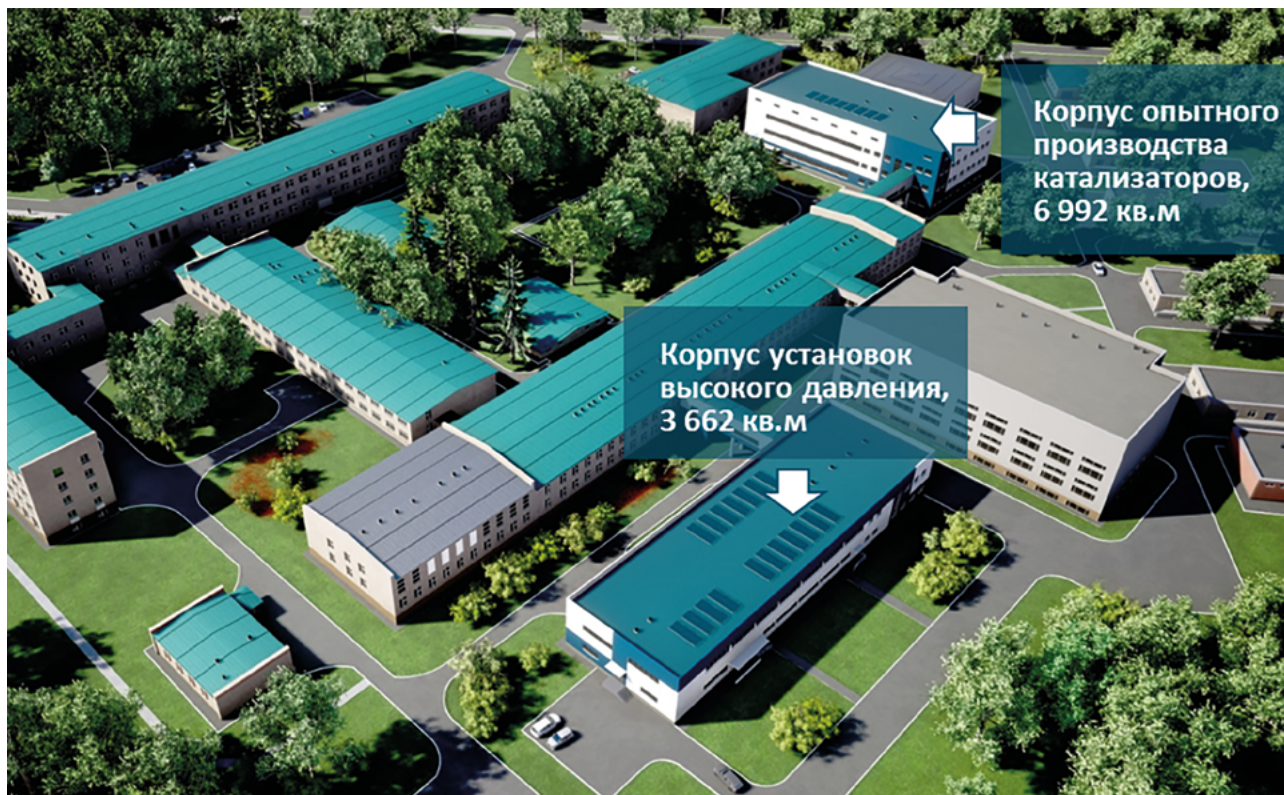
«ЦГТ» Федерального исследовательского центра «Институт цитологии и генетики СО РАН» (ФИЦ «ИЦиГ СО РАН») включает:

3. Корпус «Центр генетических технологий» в составе:

- линейки пилотных установок для масштабирования производства ферментов (биореакторы объемами 5, 100, 1000 литров; пробоподготовка, выделение и очистка белков),
- инфраструктуры для масштабирования производства генетических линий с/х-растений для получения новых сортов,
- инфраструктуры для масштабирования производства генетических линий лабораторных мышей SPF-статуса для доклинических исследований,
- инфраструктуры для поддержания биоресурсных коллекций.

Компетенции Центров будут формироваться в первую очередь на фундаментальных и научно-технологических заделах и наработках крупнейших в России биологического института ФИЦ ИЦиГ СО РАН и химического института – ФИЦ ИК СО РАН, а также во вторую очередь на фундаментальных знаниях, которые будут получены в рамках проекта «СКИФ».

Для достижения мирового уровня в отраслях пищевой, кормовой, фармацевтической и химической промышленности необходимо решать задачи по получению высокопроизводительных ферментов с использованием рекомбинантных штаммов-продуцентов. При реализации этих



16 097 м²

ОБЩАЯ ПЛОЩАДЬ

13 865 м²

ПОЛЕЗНАЯ ПЛОЩАДЬ

2 031 м²

РЕКРЕАЦИЯ

Лабораторный корпус, включающий в свой состав:

- Модуль биоресурсного обеспечения и биоресурсных коллекций (блоки для: подготовки лабораторных с/х-животных, генетических коллекций растений, генетических коллекций микроорганизмов, криохранилище)
- Модуль (GLP статус) клеточных технологий для работы с культурами клеток растений, животных и человека
- Модуль (GLP статус) для работ в области геномного редактирования и геномной инженерии
- Модуль модельных установок и приоров общего пользования

планов потребуется определение трехмерной структуры белков — ферментов из штаммов микроорганизмов, разработка на этой основе новых уникальных высокоэффективных ферментов для промышленности с помощью методов молекулярного моделирования, биоинформатики и искусственного интеллекта. Весомая часть исследований будет осуществляться на базе структурных подразделений ЦКП «СКИФ» Прежде всего это станция «Микрофокус» (рентгеновский микроскоп); станция «Электронная структура» (исследование поверхностей наноматериалов, катализаторов и разрабатываемых ферментов); станция «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» (визуализация биологических и технологических процессов в экспериментальных объектах до 10 см, для изучения взаимодействия молекул с живыми системами — клетками, биологическими тканями, экспериментальными животными).

Фундаментальные знания мирового уровня в области катализа, полученные в рамках проекта «СКИФ», позволят за счет выявления закономерностей на атомарном уровне между структурой катализатора и его свойствами создавать катализаторы, которые по своим характеристикам будут превосходить зарубежные аналоги. Фундаментальные знания «каталитического предвидения» позволят как сократить сроки прикладных разработок, так и снизить их стоимость.

Направленность и значимость инвестиционного проекта

Катализаторы (включая ферменты) являются ключевыми элементами многих производственных цепочек в целом ряде химических и биохимических производств. В качестве критической и крайне востребованной продукции, производимой с помощью каталитических технологий, можно упомянуть моторные топлива (высокооктановый бензин и дизельное топливо с оптимальным цетановым числом), аммиак и азотные удобрения, продукцию нефте- и газохимии (синтетические каучуки, моторные масла и смазочные материалы, полиолефины и другие пластмассы, растворители и т.п.), продукцию пищевой промышленности, кормопроизводства, синтетические моющие средства и др. Хотя вклад катализаторов в себестоимость конечных продуктов в большинстве случаев незначителен, но эффективность и конкурентоспособность производств без их применения не только не может быть достигнута, но зачастую и не может быть в принципе реализована.

РЕНТГЕНОВСКИЕ СИХРОТРОННЫЕ МЕТОДЫ ДЛЯ КАТАЛИЗА

XRD (РФА)	Дальний порядок, фазовый состав, степени упорядочения, размер кристаллитов
SAXS (МУРР)	Информация о размерах и формах пор, фазовых сегрегаций и других неоднородностей
XANES	Электронная структура и зарядовое состояние атомов
EXAFS	Локальное окружение исследуемого атома
XRF	Элементный анализ
XPS (РФЭС)	Состояние атомов в приповерхностном слое

В настоящий момент в РФ импортозависимость каталитических технологий в нефтепереработке достигает 60%, в производстве ряда продуктов азотной промышленности и метанола — до 90%, нефтехимических продуктов — до 100%. Оценки компании FEEDLOT показывают также высокую импортозависимость рынка ферментов в РФ: отечественные производители обеспечивают не более 10% рынка по части необходимого ассортимента, причем препараты как правило изготавливаются из импортного высококонцентрированного сырья.

Очевидно, что для обеспечения технологического суверенитета и, в целом, национальной безопасности Российской Федерации по данному технологическому направлению требуется разработка проектов полного инновационного цикла — от научной разработки до выпуска катализаторов в промышленном масштабе с участием и во взаимодействии как научных организаций, так и производителей катализаторов и химических бизнес-компаний, использующих катализаторы для производства востребованной на рынке продукции. Вместе с тем снижение рисков бизнес-компаний при передачи научных разработок в промышленность требует апробации технологии на стадии малотоннажного производства.

Задачей центра «ОПК» является создание гибкого малотоннажного опытного производства наукоёмких катализаторов для их последующего использования в стратегически важных отраслях реального сектора экономики. При этом модульность закладываемых технологических линий позволяет реализовать практически любую технологию, рецептуру производства катализаторов и адаптировать ее под производственную базу существующих или создаваемых отечественных катализаторных заводов.

Задачи «ЦГТ» включают разработку генетических технологий для АПК и биотехнологической промышленности, в том числе штаммов-продуцентов ферментов, а также новых сортов с/х-растений, включая технические культуры для производства целлюлозы. Следует отметить, что ФИЦ «ИЦИГ СО РАН» входит в состав Центра геномных исследований мирового уровня (ЦГИМУ) «Курчатовский геномный центр», который работает в рамках ФНТП «Развитие генетических технологий на 2019–2030 гг.» по направлению «Генетические технологии для сельского хозяйства и биотехнологической промышленности». «ЦГТ» позволит использовать генетические конвейеры, разработанные в рамках ЦГИМУ, для решения задач компаний.

Описание сфер деятельности, где возможно применение продуктов (технологий), полученных в результате реализации проекта, в условиях внешнего санкционного давления

Проект «БиоКатТех» направлен на решение проблемы повышения уровня готовности разрабатываемых технологий и катализаторов нового поколения к промышленному использованию.

В части инфраструктуры «ОПК» проект «БиоКатТех» будет использоваться при разработке материалов и катализаторов для следующих областей химической промышленности: нефтепереработка, азотный цикл, включая производство азотных удобрений и метанола, нефте- и газохимия, малотоннажная химия и экология (очистка промышленных выбросов и выхлопов автомобильного транспорта).

В условиях санкционного давления в услугах «ОПК» заинтересованы целый ряд предприятий и организаций РФ:

- крупные бизнес-компании РФ, работающие в области нефтепереработки, азотной про-

мышленности, нефте- и газохимии и энергетики (ПАО «Газпром нефть», ПАО «НК Роснефть», ПАО «Лукойл», ПАО «Татнефть», АО «ХМК Еврохим», АО «ОХК Уралхим», ПАО «СИБУР», ПАО «Газпром», ТК «ТВЭЛ», ГК «Титан», и др.) — конечные потребители промышленных партий катализаторов;

- катализаторные заводы (ООО «Газпромнефть-КС», КНТ Групп, ООО «РН-Кат», ЗАО «Нижегородские сорбенты», ООО «НИ-АП-Катализатор», ООО «Салаватский катализаторный завод», АО «Ангарский ЗКиОС», ООО «Щелковский катализаторный завод», ООО «Самарский завод катализаторов», ООО «НПК СИНТЕЗ»), на которые будут передаваться технологии производства катализаторов, а также оказываться услуги по подготовке кадров.

В части инфраструктуры «ЦГТ» проект «БиоКатТех» будет использоваться для разработки суперпродуцентов на основе метилотрофных дрожжей для производства ферментов (ксилаза, целлюлаза, протеазы, амилазы, фитазы, глюканазы, глюкоамилазы, липазы и т.п.). Ферменты производятся на биотехнологических заводах и используются в пищевой промышленности, кормопроизводстве, производстве синтетических моющих средств, применяются в медицине и фармакологии.

Разработанные технологии будут востребованы следующими компаниями: ГК «ЭФКО», ПАО «Татнефть», ООО ПО «СИББИОФАРМ», АО «Щёлково Агрохим», НПО Биотехкомпозит и др.

Роль в импортозамещении продуктов (технологий), полученных в результате реализации проекта

Ежегодно в мире обновляется до 15% видов используемых катализаторов, при этом применение новых, более эффективных катализаторов становится важным фактором конкурентоспособности конечной продукции (по цене, качеству, экологичности). Вместе с тем по уровню промышленного использования катализаторов и каталитических технологий Россия не только далеко отстает от лидеров в области производства передовой химической продукции — США, стран ЕС, Китая — но и находится в критической зависимости от импорта зарубежных катализаторов по основному кругу крупнотоннажных процессов (производство топлив, продукции нефтехимии, включая производство полимеров, органического синтеза).

Преодолеть низкий технологический уровень отечественных катализаторных производств невозможно простым копированием (воспроизведением) импортных катализаторов, поскольку российским компаниям поставляются, как правило, их устаревшие марки. Вследствие этого технологическое отставание России от западных стран только увеличивается, что уже в недалекой перспективе может привести к утрате суверенитета базовых отраслей химической промышленности.

Основной проблемой быстрого и успешного внедрения новых отечественных катализаторов является разрыв процесса технологического масштабирования производства катализаторов с лабораторного уровня на стадию апробации процесса пилотного и опытно-промышленного уровня, что создает серьезные технологические риски, особенно в условиях крупнотоннажного химического производства.

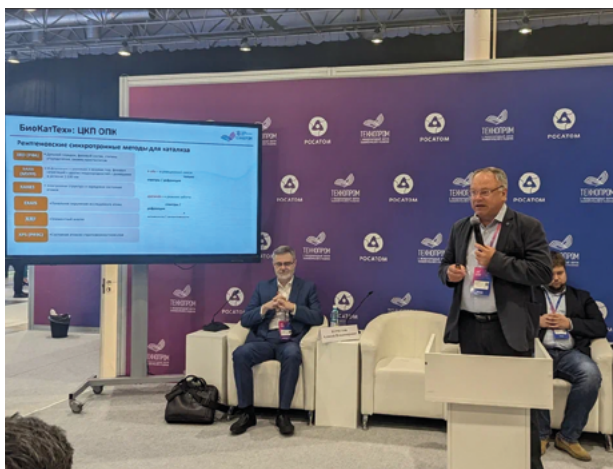
Ферменты и ферментные препараты являются элементами цепочек переделов в ряде жизненно важных народнохозяйственных отраслей. Хотя в структуре конечной себестоимости продукта стоимость самих ферментов составляет малые величины, при их отсутствии цепочки переделов разрушатся, ниже приведены примеры.

Хлебные улучшители. В состав хлебных улучшителей входят ферментные препараты, включающие ферменты класса амилаз, протеаз и липаз (структура продукта, «отбеливание» для получения хлебобулочных изделий высокого качества с применением муки разного сорта). Если убрать с рынка хлебные улучшители, ассортимент хлебобулочных изделий «схлопнется» до сортов хлеба, которые можно получить, исходя из сортности муки в наличии, т.е. исчезнет потребительское разнообразие и фактически рухнет рынок с огромным количеством частных пекарен.

До сегодняшнего дня практически 100% поставок субстанций требуемых ферментов осуществлялось из-за рубежа, а рынок хлебных смесей и улучшителей был фактически монополизирован компаниями Lesaffre и PURATOS. Сейчас компании официально покидают РФ, а рынок пока что держится, в том числе за счет параллельного импорта. В портфеле разработок ФИЦ «ИЦиГ СО РАН» есть продуценты ферментов класса амилаз, протеаз и липаз (УГТ1–3).

Ферменты в кормопроизводстве. Важность этого сегмента ферментов можно рассмотреть на примере производства мяса птицы (курицы) и яиц — основного источника белка животного происхождения в бюджетном сегменте, т.е. социально значимых продуктов. Современное птицеводство является весьма высокоэффективным, что и позволяет значительно снизить себестоимость. Как только теряется хотя бы часть технологий, становится невозможным удержать показатели себестоимости в требуемых пределах. Для сравнения: в СССР норма срока откорма бройлера до стандартного веса 2,5 кг считалась 45 суток, сейчас требуемый параметр составляет 30–33 суток, а рекорд составляет около 20 суток. Требуемый норматив по несушкам составляет 350 яиц в год, норма без интенсивного откорма — около 150–200 яиц в год. Это означает требуемую очень высокую интенсивность и эффективность кормления, включающую всевозможные добавки (витамины, микроэлементы, аминокислоты и ферменты). Как следствие, наличие фермента фитазы в кормах птиц в случае высокоинтенсивного питания является абсолютно необходимой опцией для поддержания процесса устойчивого производства мяса птицы или яиц в заданных параметрах производительности и себестоимости, хотя в структуре самой себестоимости корма и итоговой стоимости мяса это, опять-таки, доли процента.

На примере той же фитазы можно рассмотреть зависимость внутреннего рынка от внешних поставок критической продукции. Причем в ценообразовании по всей цепочке наиболее прибыльной операцией считается как раз производство ферментных препаратов из концентратов ферментов, что, по сути, является просто разбавлением. Большинство отечественных производителей ферментных препаратов импортируют самую высокотехнологичную часть (концентрат) и занимаются собственно разбавлением и смешением. И хотя они и постулируют закрытие существенной доли рынка, как «отечественные» производители, в отсутствие поставок концентрированных ферментов эти производства просто перестанут функционировать. В настоящее время собственно рекомбинантный фермент фитазы может производиться и производится компанией ООО ПО «Сиббиофарм» в г. Бердск Новосибирской области. Однако в случае полного закрытия внешних поставок она вряд ли сможет закрыть и десятую часть реальной потребности внутреннего рынка РФ в данном продукте.



Презентация проекта «БиоКатТех» Яковлевым В.А. на Технопроме-2023 (г. Новосибирск)

Результатом реализации проекта «БиоКатТех» будет существенное повышение доли отечественного производства, а по многим направлениям достижение технологического суверенитета по критическим направлениям химической и биотехнологической промышленности Российской Федерации.

Возможность создания консорциума с институтами РАН и университетами

Проект «БиоКатТех» объединяет усилия двух крупнейших в России федеральных исследовательских центров в области химии (ИК СО РАН) и генетики (ИЦиГ СО РАН) в части создания научно-технологической базы для масштабирования технологий производства высокоэффективных катализаторов для их ускоренного вывода в реальный сектор экономики РФ. Ожидается, что создание и совместная деятельность инфраструктуры центра «Опытное производство катализаторов» (ИК СО РАН) и «Центра генетических технологий» (ИЦиГ СО РАН при-

ведет к синергическому эффекту при работе над широким рядом технологических цепочек, включающих использование как традиционных каталитических, так и биокаталитических подходов.

Помимо ИК СО РАН и ИЦиГ СО РАН в рамках проекта «БиоКатТех» будет налажено комплексное взаимодействие с Новосибирским государственным университетом (НОЦ «Институт химических технологий ИК – НГУ») и НОЦ «Институт генетических технологий ИЦиГ – НГУ»), что обеспечит решение проблем по подготовке кадров высшей квалификации по данному направлению науки и технологий. Проект «БиоКатТех» готов на договорной основе оказывать услуги по масштабированию технологии приготовления катализаторов, разработанных в других научных организациях РФ, специализирующимися в области катализа, которым будут оказываться услуги по масштабированию разрабатываемых ими технологий (Институт нефтехимического синтеза РАН, Институт органической химии РАН, Уфимский институт нефтехимии и катализа РАН, ФИЦ «Институт проблем химической физики и медицинской химии РАН», МГУ, ТГУ, ИГХТУ и др.) с обязательным научным сопровождением разработчиков конкретной технологии.

Следует отметить, что по итогам встречи с участниками III Конгресса молодых учёных, состоявшейся 29 ноября 2023 года, Президент В. В. Путин утвердил перечень поручений к Правительству РФ, одно из которых требует «...представить предложения о создании центра масштабирования отечественных научных разработок в области химических и биологических катализаторов на базе федерального государственного бюджетного учреждения науки "Федеральный исследовательский центр Институт катализа им. Г. К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук" и федерального государственного бюджетного научного учреждения "Федеральный исследовательский центр Институт цитологии и генетики Сибирского отделения Российской академии наук", в том числе о строительстве объектов научно-производственной инфраструктуры, а также о разработке программы развития создаваемого центра и ее согласовании с промышленными партнерами названных учреждений». Это дает уверенность, что при условии выполнения всех требований для подготовки инвестиционных проектов данный проект будет воплощен в жизнь.

СИНХРОТРОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ — НЕОБХОДИМЫЙ ИНСТРУМЕНТ РАЗВИТИЯ ВОДОРОДНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ



ИНСТИТУТ КАТАЛИЗА
ИМ. Г.К. БОРЕСКОВА

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 5



Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1

Куренкова Анна Юрьевна

кандидат химических наук, научный сотрудник Центра НТИ «Водород как основа низкоуглеродной экономики»

Козлова Екатерина Александровна

доктор химических наук, профессор РАН, заместитель руководителя Центра НТИ «Водород как основа низкоуглеродной экономики» по образовательному направлению, ведущий научный сотрудник отдела гетерогенного катализа

Потемкин Дмитрий Игоревич

кандидат химических наук, заместитель руководителя Центра НТИ «Водород как основа низкоуглеродной экономики», руководитель проекта "Водородная заправка"

Водородные технологии — одно из ключевых направлений энергетического сектора в рамках концепции низкоуглеродного развития. Водородные технологии включают технологии получения, хранения, транспортировки и использования водорода и получают все более широкое распространение по всему миру. Согласно докладу Международного Энергетического Агентства (МЭА), мировое потребление

Сараев Андрей Александрович

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник отдела синхротронных исследований

ние водорода в 2022 г. увеличилось на 3% по сравнению с 2021 г. и достигло 98 млн. тонн. В настоящее время Россия производит около 7% от мирового выпуска водорода и имеет достаточную ресурсную базу, чтобы занять важное место в мировой водородной энергетике будущего. Для развития водородных технологий и компетенций в России на базе ФИЦ «Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН» в 2021 г. был создан Центр компетенций НТИ «Водород как основа низкоуглеродной экономики».

Консорциум Центра состоит из 37 участников: 12 научно-исследовательских организаций, 14 вузов и 11 промышленных предприятий, среди которых «Газпром нефть», «Татнефть», «Росатом» и другие (рис. 1).

H₂ Водород как основа
низкоуглеродной экономики

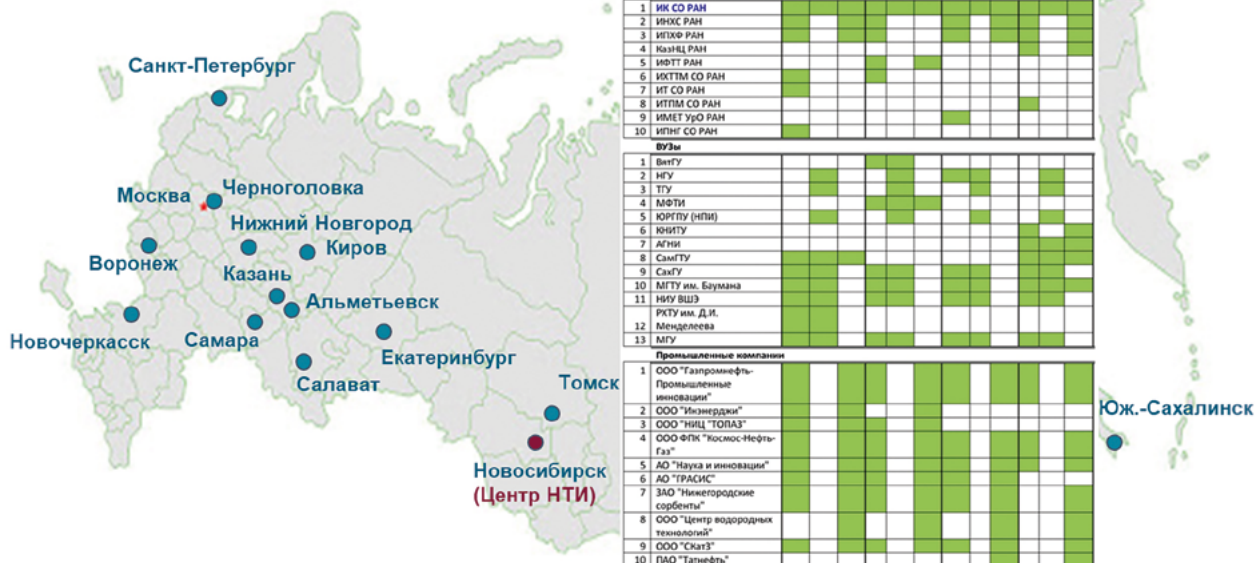


Рис. 1. Состав и география консорциума Центра НТИ «Водород как основа низкоуглеродной экономики»

Программа Центра включает реализацию четырех взаимосвязанных проектов:

1. Водородная заправка, предназначенная для заправки водородом транспортных средств различного типа с использованием водорода с минимальным углеродным следом.
2. Автономные энергоустановки (электрохимические генераторы) на основе твердооксидных топливных элементов (ТОТЭ), интегрированных с топливным процессором, работающим на жидком топливе, полученном переработкой сырья растительного происхождения (преимущественно из отходов сельского хозяйства).
3. Технологии получения и использования водорода для е-химии (e-chemistry) и е-топлива (electrofuel, e-fuel), т.е. нового класса углеродно-нейтральных химических процессов и синтетических топлив, в основе которых лежит использование электроэнергии из возобновляемых источников.
4. Технологии получения, кондиционирования, хранения и использования водорода на предприятиях нефте- и газохимического

комплекса РФ, которые отвечают современным требованиям по энергоэффективности и вызовам по переходу к низкоуглеродной экономике.

Технологии получения, хранения и использования водорода основаны на применении катализаторов, сплавов, мембран и других материалов, к которым предъявляется ряд требований, например, химическая и термическая устойчивость. Так, хорошо известен эффект водородного охрупчивания металлов – процесс разрушения некоторых металлов и сплавов вследствие взаимодействия с водородом, например, из-за внедрения водорода в кристаллическую решетку и образования гидридов металлов. К катализаторам предъявляется ряд требований, среди которых особо важными являются активность, селективность и стабильность разработанного материала. В последние годы вопрос импортозамещения катализаторов производства водорода встал особенно остро, так как более 90% катализаторов риформинга метана и конверсии оксида углерода поставлялось из-за рубежа. Для обеспечения независимости страны от внешних экономических и политических факторов необходима интенсивная работа в области создания широкого набора материалов для водородных технологий.



Рис. 2. Основные типы материалов, применяемых для получения, хранения и использования водорода

Современные подходы к разработке функциональных материалов с заданными свойствами невозможны без определения взаимосвязей между составом, строением, текстурными характеристиками полученных веществ и их свойствами. Передовые методы исследования структуры материалов неразрывно связаны с использованием синхротронного излучения, так как последнее значительно расширяет возможности классических методов и позволяет исследовать тонкие эффекты. Так, применение метода рентгеновской микротомографии с использованием синхротронного излучения позволило разработать подходы к повышению стойкости высокопрочных алюминиевых сплавов к водородному охрупчиванию [1]. Показано, что различные фазы специальной добавки, повышающей прочность алюминиевого сплава (Al-Zn-Mg-Cu), «захватывают» водород и, следовательно, предотвращают его разрушающее действие в разной степени. Использование Т фазы добавки позволило сократить площадь трещин, вызванных взаимодействием сплава с водородом, на 60% по сравнению с η фазой, а использование четырехмерной визуализации с помощью метода синхротронной микротомографии напрямую подтвердило снижение скорости роста трещин как по длине, так и по общей площади материала. Данный пример ярко иллюстрирует важность использования синхротронного излучения в области современного материаловедения.

Применение методов синхротронного излучения в катализе сложно переоценить. Фунда-

ментальным вопросом в этой области всегда является вопрос об установлении влияния химического состава и структуры катализатора на его активность, селективность и стабильность. Разработка научных основ приготовления катализаторов опирается на знания о процессах формирования активного компонента катализаторов, активации, функционирования и дезактивации катализаторов в условиях проведения реакции.

Сотрудники Центра компетенций НТИ активно занимаются разработкой катализаторов для водородной энергетики и уже применяют синхротронные методы исследования в своей работе. Так, например, методом рентгенофазового анализа (РФА) непосредственно в реакционной среде, т.е. в режиме *in situ*, с использованием синхротронного излучения была изучена трансформация катализатора на основе платины и железа, применяемого в процессе паровой конверсии оксида углерода — одного из основных промышленных способов получения водорода [2]. Показано, что в окислительной атмосфере при нагревании до 423 °С порошка Pt_{0.5}Fe_{0.5} происходит межфазная диффузия атомов железа и платины с формированием термодинамически стабильной фазы на основе интерметаллида FePt₃. При нагреве свыше 455 °С в заметной степени начинает протекать процесс окисления атомов железа, и при температуре 600 °С образец представлен фазами металлической платины, оксида железа Fe₂O₃ и небольшим количеством твёрдого раствора

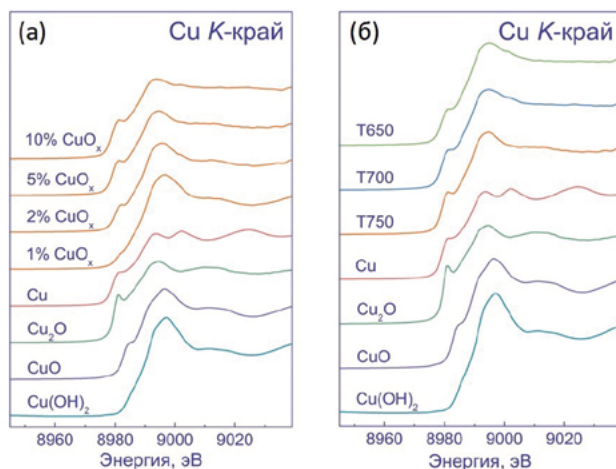


Рис. 3. XANES спектры К-края поглощения Cu образцов $\text{CuO}_x/\text{TiO}_2$ T750 в зависимости от количества нанесенной меди (а) и образца 5% $\text{CuO}_x/\text{TiO}_2$ в зависимости от температуры обработки (б) в сравнении со спектрами металлической меди, Cu_2O , CuO и $\text{Cu}(\text{OH})_2$

на основе FePt_3 . Исследование трансформации порошка $\text{Pt-Fe}_2\text{O}_3$ при нагревании в атмосфере водорода не выявило изменений структуры при температурах до 350 °С, а при последующем повышении температуры происходит восстановление железа, и при температуре 620 °С исследуемый образец состоит из твёрдого раствора на основе FePt_3 , твёрдого раствора FePt , а также металлических фаз платины и железа. Таким образом, методом *in situ* РФА с использованием синхротронного излучения показано, что образец $\text{Pt}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}$ обладает высокой стабильностью как в восстановительной, так и в окислительной атмосферах при температурах проведения паровой конверсии CO (до 350 °С), а также установлены механизмы трансформации катализатора при более высоких температурах (до 600–620 °С).

Одной из отличительных особенностей многих гетерогенных катализаторов является малое содержание активного компонента (от 0.001 до 5 масс.%) и небольшой размер его частиц (в некоторых случаях 1 нм и менее), а также возможное наличие фазы взаимодействия активного компонента и носителя. Такие особенности ограничивают применение большинства физико-химических методов исследования, однако, используя метод спектроскопии рентгеновского поглощения (XAS), исследователи могут устано-

вить состав и структуру синтезированных катализаторов, природу взаимодействия активной фазы с носителем, наличие дефектов в структуре. В последнее время наблюдается повышенный интерес к многокомпонентным катализаторам на основе переходных металлов, и в данном случае спектроскопия рентгеновского поглощения является незаменимым инструментом для исследования природы активного компонента и строения катализатора. Сотрудниками Центра компетенций НТИ установлено влияние условий приготовления катализаторов на основе диоксида титана, модифицированного соединениями меди, на каталитическую активность и стабильность [3]. Такие катализаторы широко применяются для получения «зелёного» водорода под действием энергии света из водных растворов. Показано, что в исходном катализаторе медь находится в трёх состояниях (0, +1 и +2), причем их содержание определяется как загрузкой предшественника, содержащего медь, при синтезе катализаторов, так и температурой предварительной обработки диоксида титана (650–750 °С). Медь в состоянии +2 в наибольшей степени способствует повышению скорости выделения водорода, но является нестабильной в ходе данного процесса и восстанавливается фотогенерированными электронами, что повышает стабильность катализатора, но снижает его активность. В результате применения метода спектроскопии рентгеновского излучения удалось установить не только состав исходных катализаторов, но и влияние компонентов сокатализатора на активность и стабильность. Ввиду малого содержания (от 1 масс.%) и небольшого размера (1–2 нм) частиц сокатализатора, их идентификация и исследование трансформации затруднительны либо вовсе невозможны классическими методами исследования катализаторов.

Еще одним ключевым вопросом гетерогенного катализа является генезис формирования и стабильности активных компонентов катализаторов. Обычно катализатор получают в несколько этапов с образованием промежуточных веществ, которые претерпевают химические, фазовые и структурные превращения, поэтому понимание механизма формирования активного компонента катализатора невозможно без исследования катализатора на разных стадиях синтеза. Одна из будущих станций 1–4 «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» позволит исследовать катализатор в различных термодинамических (варьирование температуры и давления) и химических (восстановительная и окислительная атмосфера) условиях, что, не-

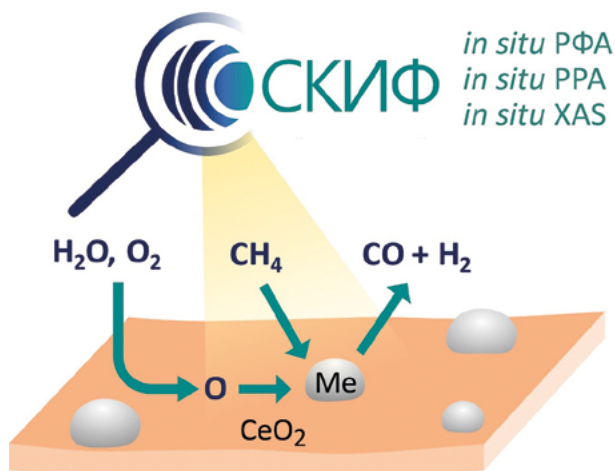


Рис. 4. Пример использования синхротронного излучения при исследовании катализаторов на основе диоксида церия и переходных металлов процессов переработки метана в синтез-газ

сомненно, будет способствовать разработке подходов направленного синтеза катализаторов. Непосредственно при проведении каталитического процесса реакционная среда оказывает решающее воздействие на состояние функционирующего катализатора и структуру его активных центров. Поэтому развитие методологии и технических возможностей использования физических методов в режимах *in situ* (в модельных реакционных условиях) или *operando* (непосредственно в реакционных условиях) также является актуальным направлением в текущем развитии науки о катализе. Сочетание методов направленного синтеза гетерогенных катализаторов с современными методами их исследования в режиме *in situ* и *operando* с применением синхротронного излучения: рентгеновской порошковой дифракции, спектроскопии рентгеновского поглощения XANES/EXAFS, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, а также теоретическими методами (теория функционала плотности, молекулярная динамика) для изучения механизмов реакций и совместного действия активных центров разной природы позволит создать научные основы для рационального дизайна катализаторов и управления их каталитическими свойствами для реализации новых технологических решений.

Развитие методологии *in situ* и *operando* исследований катализаторов и материалов для водородных технологий особенно актуально в свете планируемого ввода в эксплуатацию Центра кол-

лективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» Института катализа СО РАН. Так, на новом источнике синхротронного излучения, который планируется ввести в эксплуатацию уже в 2025 году, будут реализованы сразу три экспериментальные станции первой очереди, предполагающие использование физико-химических методов в режимах *in situ* и *operando*. К ним можно отнести Станции 1–2, 1–4 и 1–6, позволяющие реализовывать такие методики как рентгеновская порошковая дифракция, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, а также методы спектроскопии рентгеновского поглощения (EXAFS и XANES). Комбинация вышеперечисленных методик позволит получить детальную информацию об эволюции активных центров на поверхности гетерогенных катализаторов на атомно-молекулярном уровне, а также получить корреляцию наблюдаемых изменений с каталитическими свойствами. Анализ всей совокупности получаемых таким образом данных открывает широкие возможности как в построении детальных механизмов гетерогенных реакций, так и в выявлении природы активных центров для каждой конкретной системы «катализатор + реакционная среда». Соответственно, в результате таких исследований может быть получена важная информация, необходимая как для улучшения существующих, так и для разработки новых катализаторов, обладающих оптимальными характеристиками, что позволит достигать максимальной активности, стабильности и селективности в промышленно важных каталитических процессах. Интерес для исследователей из Центра компетенций НТИ представляет также станция 1–3 «Быстропротекающие процессы», поскольку на ней будет возможно изучать процессы горения водородных смесей и разложения гидридных соединений. Использование источника синхротронного излучения поколения 4+ несомненно придаст импульс развитию водородных технологий в России и мире и будет способствовать переходу к низкоуглеродному развитию.

Литература:

1. Wang Y. et al. Switching nanoprecipitates to resist hydrogen embrittlement in high-strength aluminum alloys //Nature communications. – 2022. – Т. 13. – №. 1. – С. 6860.
2. Gorlova A. et al. Pt-Fe nanoalloy: Structure evolution study and catalytic properties in water gas shift reaction //Materials Research Bulletin. – 2022. – Т. 149. – С. 111727.
3. Kurenkova A. Y. et al. Copper-Modified Titania-Based Photocatalysts for the Efficient Hydrogen Production under UV and Visible Light from Aqueous Solutions of Glycerol //Nanomaterials. – 2022. – Т. 12. – №. 18. – С. 3106.

СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ НЕФТЕГАЗОВОЙ ИНДУСТРИИ



Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет»

630090, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

Фокин Михаил Игоревич

научный сотрудник

fokinmi@ipgg.sbras.ru

Дучков Антон Альбертович

кандидат физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник

duchkovaa@g.nsu.ru

Головин Сергей Валерьевич

доктор физико-математических наук, профессор РАН, директор Научно-образовательного центра «Газпромнефть-НГУ»

s.golovin@g.nsu.ru



Публичное акционерное общество «Газпром нефть»

190000, г. Санкт-Петербург, ул. Почтамтская, д. 3-5

Крутько Владислав Вадимович

руководитель проекта «Цифровой керн»

krutko.vv@gazprom-neft.ru



Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук»

630559, Новосибирская область, р.п. Кольцово, пр. Никольский, 1

Зубавичус Ян Витаутасович

доктор физико-математических наук, заместитель директора по научной работе ЦКП «СКИФ»

yvz@catalysis.ru

Источники синхротронного излучения (СИ) последнего поколения генерируют излучение с уникальными свойствами, позволяющими улучшить или дополнить возможности методов лабораторной рентгеновской визуализации. СИ позволяет исследовать массивные образцы и динамику быстропротекающих процессов, различать слабоконтрастные материалы, реализовывать трехмерную визуализацию с субмикронным разрешением. Эти возможности востребованы в современных задачах нефтегазовой индустрии, и полная реализация потенциала ожидается с запуском источника синхротронного излучения 4+ поколения ЦКП «СКИФ».

Потребности нефтегазовой индустрии в СИ

В настоящее время в нефтегазовой индустрии существует устойчивая тенденция к разработке и внедрению новых технологий для прогнози-

рования процесса разработки месторождения и повышения эффективности добычи углеводородов. В основном это связано с разработкой существующих месторождений и освоением новых объектов, содержащих в себе нетрадиционные запасы трудноизвлекаемых углеводородов. В контексте данной проблемы активно развиваются лабораторные методы исследования внутренней структуры образцов горных пород и внедряются технологии цифрового анализа керна (ЦК).

Подход ЦК основан на построении цифровой копии внутренней структуры исследуемого керна горной породы по данным рентгеновской компьютерной томографии (КТ) и других лабораторных методов с последующим математическим моделированием целевых процессов и расчетов необходимых параметров. Использование ЦК позволяет оптимизировать или сделать более информативным процесс стандартных петрофизических исследований образцов низкопроницаемых горных пород, а также детально изучать физико-химические процессы, связанные с извлечением углеводородов.

Несмотря на актуальность технологии ЦК, ее использование сопровождается рядом технических ограничений и методологических вопросов, связанных, в основном, с применением промышленных компьютерных томографов (КТ-сканеров) [Степанов и др., 2018]:

- Для образцов с низкой проницаемостью преобладает субмикронная пористость, размеры которой меньше разрешающей способности лабораторных томографов, которые используются в петрофизических лабораториях. Это ограничивает точность восстановления пористой структуры керна на основе томографических данных.
- Интенсивность установок не позволяет визуализировать внутреннюю структуру кернов репрезентативных размеров, используемых в стандартных лабораторных петрофизических исследованиях, с пространственным разрешением, достаточным для построения детальной цифровой модели.
- Стоит учитывать различие структуры порового пространства горной породы в условиях томографического сканирования и пластовых условий. В свою очередь, моделирование пластовых условий во время

компьютерной томографии ухудшает качество изображений, а также увеличивает время эксперимента, поскольку образцы помещаются в камеры, поглощающие рентгеновское излучение и ослабляющие полезный сигнал.

- Необходимо учитывать ограниченность данных для верификации и калибровки математических моделей, а также отсутствие возможности исследования нестационарных процессов.

Современные источники СИ представляют собой мощный инструмент для многомасштабного неразрушающего исследования, а также визуализации внутренней структуры образцов и нестационарных физико-химических процессов. Источники СИ последнего (четвертого) поколения генерируют рентгеновское излучение высокой интенсивности и пространственной когерентности в широком спектре энергий, что существенно расширяет возможности лабораторных рентгеновских исследований и может служить неотъемлемым инструментом для разработки и решения проблематик ЦК, перечисленных выше.

Характеристики СИ позволяют визуализировать динамику быстрых нестационарных процессов, исследовать плотные массивные образцы или использовать камеры для моделирования и поддержания окружающих условий, реализовывать специализированные методики визуализации с повышением контраста и проводить исследование с субмикронным пространственным разрешением. В связи с этим возникает задача поиска методов исследования на основе СИ, способствующих повышению информативности исследований керна и дополняющих стандартные протоколы.

Развитие инфраструктуры СИ для нефтегазового сектора в РФ

Функционал действующих на территории РФ источников синхротронного излучения позволяет реализовать ряд прикладных и фундаментальных исследований в направлении разведки и добычи углеводородов, а также нефтепереработки. В настоящее время на базе ИЯФ СО РАН функционирует ЦКП «СЦСТИ», отвечающий за эксплуатацию парка экспериментальных станций на двух источниках синхротронного излучения — ВЭПП-3 и ВЭПП-4. Станция «жесткая рентгенокопия», установленная на канале 8А



Рис. 1. Пресс-конференция представителей академических и промышленных организаций перед подписанием соглашения о создании консорциума: «Синхротронное излучение для нефтегазовых технологий». Участники пресс-конференции (слева-направо): Головин Сергей Валерьевич (НГУ), Ошмарин Роман Андреевич («Газпром нефть»), Сухих Леонид Григорьевич (ТПУ), Левичев Евгений Борисович (ЦКП СКИФ), Бухтияров Валерий Иванович (ИК СО РАН), Федорук Михаил Петрович (НГУ), Нургалиев Данис Карлович (КФУ), Дучков Антон Альбертович (ИНГГ СО РАН), Прууэл Эдуард Рейнович (ИГИЛ СО РАН)

ВЭПП-4, позволяет проводить исследования геологических объектов методом рентгеновской томографии в жестком рентгеновском диапазоне. Станция способна обеспечить эффективное пространственное разрешение 2–3 мкм. При необходимости помимо томографии образец может быть дополнительно охарактеризован методами рентгеновской дифракции и/или рентгенодифракционного анализа. Также исследования кернов могут быть развернуты на станции «Жесткая рентгенокопия» ВЭПП-4. Помимо этого на сегодняшний момент действующим центром СИ является Курчатовский специализированный источник «КИСИ-Курчатов».

Принципиально новые возможности проведения исследований в интересах нефтегазовых компаний откроет запуск источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ», запланированный на конец 2024 года. В рамках первой очереди в 2025 году будут запущены следующие 6 экспериментальных станций (их число должно быть увеличено до 16–18 к 2030 году, а полное число экспериментальных станций 30), направленных на изучение различных фундаментальных и прикладных процессов:

- Станция «Микрофокус» — рентгеновский микроскоп с рекордным разрешением вплоть до десятков нанометров.
- Станция «Структурная диагностика» — расшифровка расположения атомов в кристаллических образцах (веществ, новых функциональных материалов и др.).
- Станция «Электронная структура» — исследования поверхностей наноматериалов, катализаторов и устройств современной микро- и нанoeлектроники.
- Станция «XAFS-спектроскопия и магнитный дихроизм» — изучение пространственной, электронной и магнитной структуры материалов, растворов, расплавов; проведение экологического контроля (анализ образцов почв, аэрозольных фильтров, сельхозпродукции, сточных вод и др).
- Станция «Быстропротекающие процессы» — исследование поведения веществ в условиях взрыва, воздействия ударной волны, плазмы. Съёмка рентгеновского кино с частотой 1 млрд. кадров в секунду.

- Станция «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» — визуализация биологических или технологических процессов в объектах размером до 10 см (лабораторные животные, минералы, машиностроительные изделия).

23 августа на X Международном форуме технологического развития «Технопром 2023» состоялось подписание соглашения о создании консорциума «Синхротронное излучение для нефтегазовых технологий» между Новосибирским государственным университетом, компанией «Газпром нефть», ЦКП «СКИФ», Томским политехническим университетом, Казанским федеральным университетом, Институтом катализа СО РАН, Институтом гидродинамики СО РАН и Институтом нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН (Рис. 1).

Целью консорциума является разработка и внедрение методик синхротронных исследований для повышения эффективности добычи и переработки углеводородов. Головной организацией выступает Новосибирский государственный университет. Представителем нефтегазовой индустрии является «Газпром нефть», выступающая в роли поставщика задач и перспективного заказчика работ на синхротроне после его запуска. Сам консорциум является открытым и заинтересован в расширении числа промышленных представителей.

Первыми задачами консорциума являются формирование наиболее перспективных направлений синхротронных исследований и подготовка к началу практической деятельности на станциях СКИФ с момента его запуска. Для этого каждая из восьми организаций вносит свои разработки для решения общей задачи.

Так, в рамках развития приборной базы в 2023 была изготовлена многофункциональная установка, предназначенная для создания и поддержания пластовых условий и определения упруго-прочностных и фильтрационно-емкостных свойств образцов керн в процессе проведения рентгеновской микротомографии на станциях источников синхротронного излучения.

Приоритетные направления использования СИ для задач нефтегазовой индустрии

Поскольку инфраструктура станций СКИФ позволяет охватить широкий спектр исследова-

ний, далее мы ограничимся приоритетными направлениями использования СИ, связанными с визуализацией внутренней структуры образцов и физико-химических процессов в интересах развития ЦК.

Станция «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне»

На станции будут реализованы следующие основные методики: микротомография, фазово-контрастная микротомография, стриминговая микротомография, ламинография. Параметры и функционал станции позволят решать следующий круг задач (которые не могут быть решены методами промышленной рентгеновской томографии):

- Динамическая 3D визуализация многофазной фильтрации на масштабе керн (микротомография, фазово-контрастная микротомография). Высокая интенсивность пучка СИ позволит значительно снизить время съемки (регистрации полезного сигнала) при сохранении высокого пространственного разрешения, соответственно позволит визуализировать в 3D процессы многофазных течений в керне. Возможность применения фазово-контрастных методов сканирования позволит сегментировать фазовый состав фильтруемого флюида. Это даст возможность оценки параметров во времени и получения уникального набора экспериментальных данных для валидации физико-математических моделей и понимания процессов фильтрации на микроуровне, что важно для задач по проблематике трудноизвлекаемых запасов (ТРИЗ) и методов увеличения нефтеотдачи (МУН).
- 3D мониторинг динамических процессов (стриминговая микротомография). Быстрая система сбора экспериментальных данных и возможность быстрого непрерывного вращения кернодержателя позволит регистрировать непрерывный набор проекций. Это позволит проводить восстановление и визуализацию ортогональных срезов через образец в режиме реального времени с временным разрешением до 1 сек. Подход может применяться для оперативного контроля условий эксперимента и выбору регионов интереса для более детального изучения.

- Исследования трехмерной структуры фазового состава зерна (фазово-контрастная микротомография, голотомография). Монохроматичность пучка (узкий энергетический диапазон частот излучения) позволит применять экспериментальные методики и численные алгоритмы восстановления фазы. Полученные фазово-контрастные изображения будут иметь достаточный контраст для сегментации минерального состава образца и фазы флюида на масштабе зерна. Фазовый контраст позволит определять распределение смачиваемости, что важно для моделирования нефтеотдачи.
- Динамическая 3D съемка быстропротекающих процессов на масштабе зерна (микротомография на полихроматическом пучке СИ). Исследование быстропротекающих процессов — динамики образования трещин, процессов сжатия, неравновесных процессов. Быстрая система сбора экспериментальных данных и возможность быстрого непрерывного вращения кернодержателя даст возможность быстрого сканирования образцов. Сейчас эти процессы можно изучить только статистически.
- Динамическая 3D съемка динамических процессов в плоских образцах — шлифы/чипы (ламинография). Возможность наклона плоского образца относительно горизонтальной оси даст возможность использования рентгеновского сканирования в высоком разрешении для плоского объекта (увеличить размеры по двум координатам).

Станция «Микрофокус»

На станции будут реализованы методы птихографии, когерентной рентгеновской микроскопии, рентгенофлуоресцентного анализа и дифракции в режиме картографирования микропучком, нанотомография. Параметры и функционал станции позволят изучать следующий круг задач:

- Высокоразрешающая 3D субмикронная и нано визуализация (нанотомография, птихография). Высокая когерентность пучка позволит применять дифракционные методы сканирования образцов на наномасштабе. Возможность смены детектора во время сканирования позволит совмещать

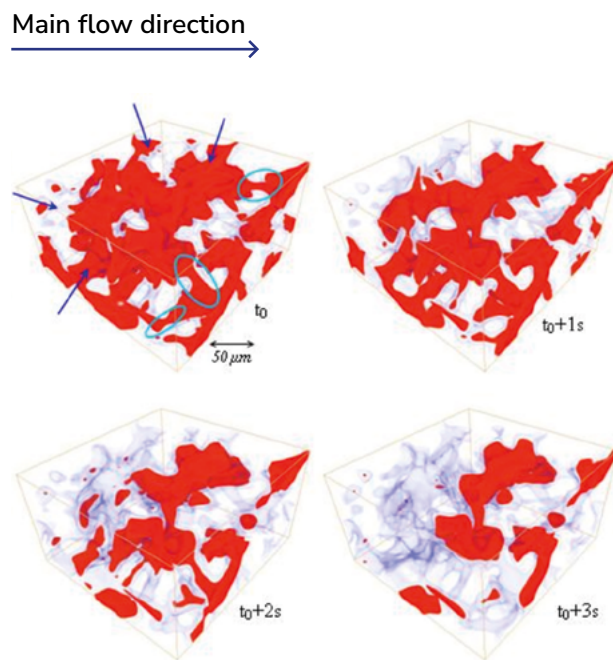


Рис. 2. Результаты быстрой трехмерной визуализации процесса записывания CO₂ в порах песчаника в процессе просачивания флюида [Youssef et al., 2013]

дифракционные методы с рентгенофлуоресцентным анализом для картирования минерального состава образца. Проекционные методы сканирования позволят изучать динамические процессы с субмикронным разрешением. Это даст возможность проведения численных динамических оценок параметров и получения уникального набора экспериментальных данных для валидации физико-математических моделей и понимания процессов фильтрации на наноуровне и субмикроне, что важно для задач ТРИЗ и МУН.

- Исследования трехмерной структуры фазового состава зерна на субмикронном и наномасштабе (рентгенофлуоресцентный анализ, дифракция, птихография, фазово-контрастная нанотомография). Возможность совмещения дифракционного и рентгенофлуоресцентного методов позволит восстанавливать трехмерную карту элементного и фазового (минерального) состава образца. Фазово-контрастная нанотомография позволит получать контрастные изображения образца с умеренно высоким временным разрешением.

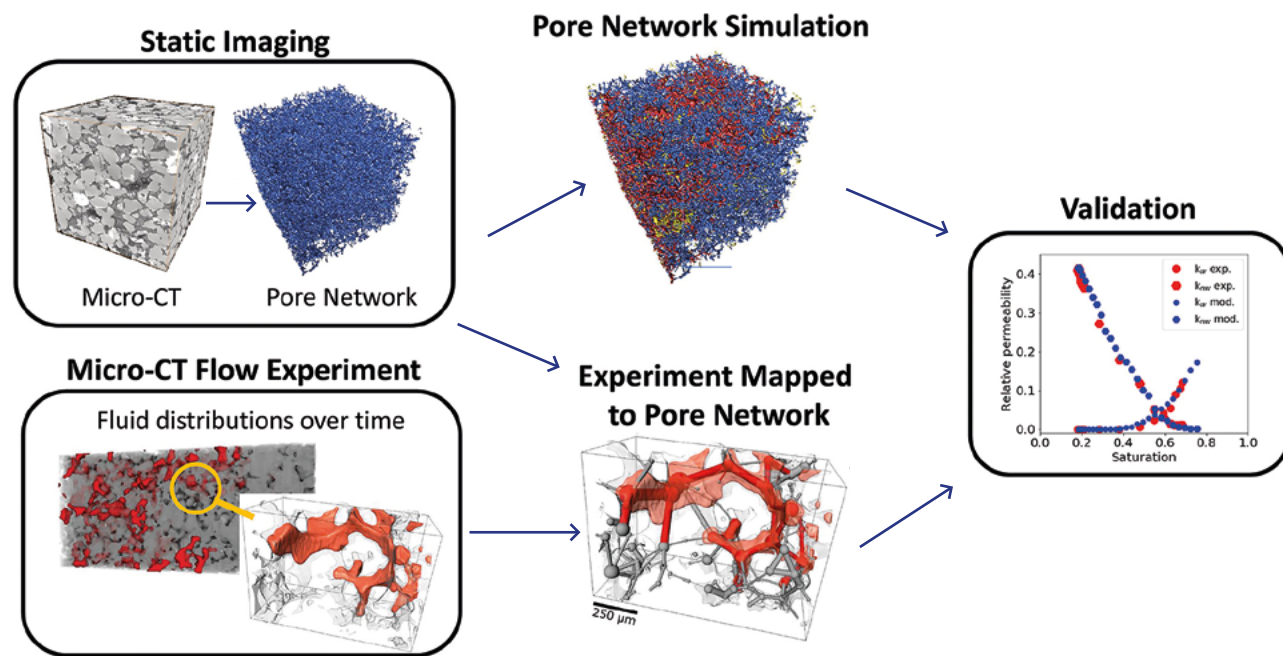


Рис. 3. Схема валидации алгоритма поровых сетей, по данным статической и динамической микротомографии на станциях источников СИ [Bultreys et al., 2020]

- Визуализация динамических процессов на субмикронном масштабе (нанотомография). Нанотомография позволит получать изображения образца в динамике с субмикронным разрешением.

Мировой опыт использования СИ в исследованиях керн

Далее представлен краткий обзор мирового опыта использования СИ в прикладных задачах исследования образцов керн горных пород. Обзор затрагивает основные синхротронные методики визуализации, используемые для изучения образцов на разных временных и пространственных масштабах.

Визуализация нестационарных процессов в керне

Один из наиболее важных процессов в керне — фильтрация флюидов. В мировой практике для изучения этого процесса широко применяется метод микротомографии. Примером его использования в исследовании фильтрационных процессов является эксперимент, проведенный на станции TOMCAT синхротрона Swiss Light

Source. В ходе эксперимента была осуществлена визуализация процесса запираания CO₂ в порах песчаника в процессе просачивания флюида (см. Рис. 2) [Youssef et al., 2013]. Флюид (прозрачно-синий) проникает в пору одновременно из всех поровых каналов (синие стрелки), блокируя пути потока газа (красный). Временной интервал томографической съемки составил 1 секунда, а пространственное разрешение — 5.5 мкм при диаметре керн 3.8 мм.

Полученные на синхротронных станциях томографические изображения динамики фильтрационного процесса применяются для валидации пакетов и алгоритмов математического моделирования (Рис. 3) [Bultreys et al., 2020].

Интенсивность синхротронного излучения в области жесткого рентгеновского излучения, превышающего 50 кэВ, используется для проведения исследований плотных образцов горных пород больших размеров с высоким отношением сигнала к шуму. Кроме того, динамическая визуализация образцов выполняется в массивных камерах, обеспечивающих условия, близкие к пластовым [Van Stappen et al., 2022; Fuisseis et al., 2022]. Эти задачи часто

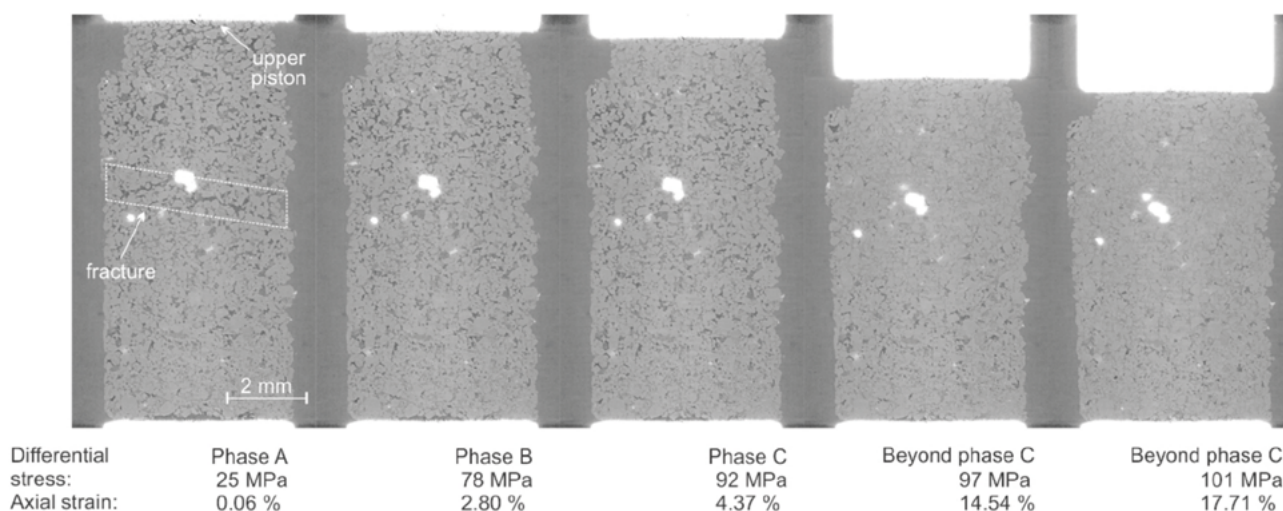


Рис. 4. Вертикальные срезы томографических изображений динамически нагружения образца керна. [Van Stappen et al., 2022]

возникают в контексте исследования геомеханических процессов (Рис. 4) и взаимодействия флюида с горной породой, поскольку требуют высоких температур и давлений, а также обеспечивают необходимую репрезентативность размера исследуемых образцов.

Перечисленные в данном разделе исследования и подходы будут в полном объеме доступны на станции «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» ЦКП «СКИФ». На этой станции в качестве источника высокоэнергетического излучения планируется использовать сверхпроводящий вигглер, обеспечивающий высокий поток излучения на уровне 1011–1013 фотон/с/мм² в диапазоне энергий рентгеновских квантов от 25 до 150 КэВ [Купер и др., 2022].

Визуализация слабоконтрастных материалов в керне

Важной характеристикой томографических изображений является контраст. Лабораторные источники рентгеновского излучения зачастую не способны разрешать слабоконтрастные материалы, что ограничивает их использование для многокомпонентных образцов. Для решения этой проблемы активно используются методы, развитые на источниках синхротронного излучения, позволяющие получать изображения, в которых контраст формируется не поглощением, как на лабораторных источ-

никах, а сдвигом фазы излучения при преломлении на любых внутренних границах раздела (фазово-контрастные изображения). Фазово-контрастные изображения объектов обладают повышенной чувствительностью к слабым контрастам и позволяют визуализировать элементы структуры объекта, различающиеся друг от друга по плотности на доли процентов (Рис. 5) [Nikitin et al., 2021].

Высокое пространственное разрешение

СИ обладает уникальными свойствами, такими как высокая степень пространственной когерентности и широкий энергетический спектр излучения. Источники СИ последнего поколения позволяют реализовывать уникальные исследовательские проекционные и дифракционные методы, позволяющие визуализировать структуру на наноуровне. К таким методам относятся нанотомография и птихография. При этом исследоваться могут достаточно крупные трехмерные фрагменты кернов, характерные для нефтегазовых задач, благодаря высокой проникающей способности высокоэнергетического СИ. При высокоразрешающем сканировании исследуемые образцы могут находиться в специализированных камерах поддержания внешних условий, что повышает ценность и информативность экспериментов и является важным преимуществом методов СИ перед электронной микроскопией. К примеру, в работе [De Boever et al., 2015] описано применение

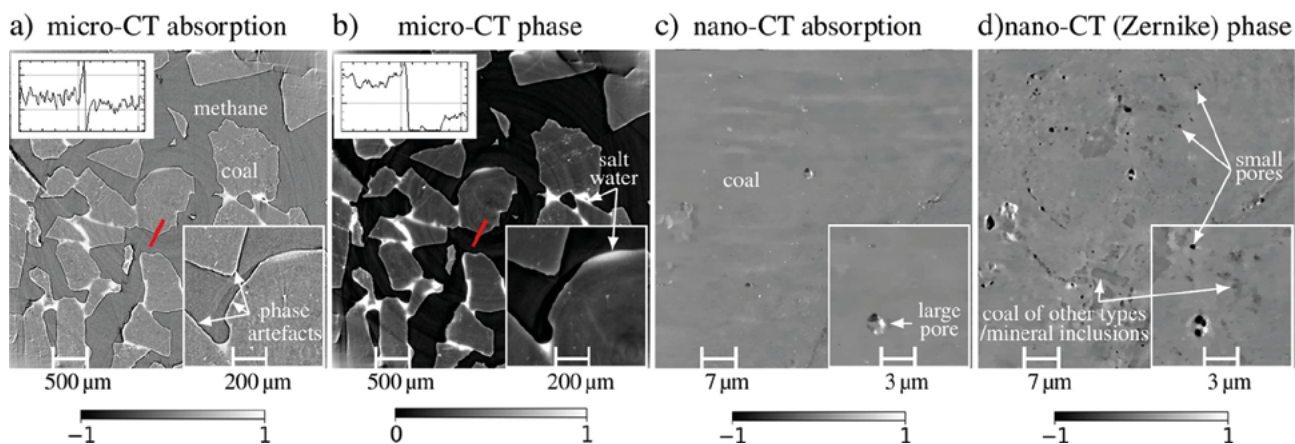


Рис. 5. Сопоставление результатов абсорбционной и фазово-контрастной микро- и нанотомографии гранулированного угольного образца, насыщенного метаном и раствором NaBr. Эксперимент выполнен на станциях синхротрона Advanced Photon Source. [Nikitin et al, 2021]

метода пtyхографии для визуализации глиняных частиц, извлеченных из образца песчаника с пространственным разрешением 45 нм, при поддержании постоянной влажности.

Метод проекционный нанотомографии в полном объеме будет доступен на экспериментальной станции «Микрофокус» ЦКП «СКИФ» [Дарьин и др., 2022]. На станции планируется использовать сверхпроводящий ондулятор в качестве генератора излучения. Одна из запланированных схем экспериментальной станции будет позволять задействовать проекционные методы нанотомографии как вспомогательные для исследования объектов размером до 1 мм с промежуточным субмикронным (50–200 нм) пространственным разрешением, в том числе с использованием фазового контраста в ближнем поле (например, для предварительной экспресс-характеристики образцов перед последующим детальным исследованием методом пtyхографии с нанометровым разрешением).

Литература

1. Bultreys T. et al. Verifying pore network models of imbibition in rocks using time-resolved synchrotron imaging // *Water Resources Research*. – 2020. – Т. 56. – № . 6. – С. e2019WR026587.
2. De Boever W. et al. Characterization of composition and structure of clay minerals in sandstone with ptychographic X-ray nanotomography // *Applied Clay Science*. – 2015. – Т. 118. – С. 258–264.
3. Fuisseis F. et al. 4-dimensional in-situ/in-operando μ -CT imaging of geological processes at elevated temperatures and pressures using x-rays // *Proceedings of the 11th Conference on Industrial Computed Tomography*. – 2022.
4. Van Stappen F. J. et al. 4D Synchrotron X-ray Imaging of Grain Scale Deformation Mechanisms in a Seismogenic Gas Reservoir Sandstone During Axial Compaction // *Rock Mechanics and Rock Engineering*. – 2022. – Т. 55. – № . 8. – С. 4697–4715.
5. Nikitin V. V. et al. Dynamic in situ imaging of methane hydrate formation in coal media // *Fuel*. – 2021. – Т. 298. – С. 120699.
6. Youssef S. et al. 4D imaging of fluid flow dynamics in natural porous media with ultra-fast X-ray microtomography // *Int. Symp. Core Anal.* – 2013. – С. 1–12.
7. Дарьин Ф. А. и др. Экспериментальная станция 1-1 «Микрофокус» // *Технологическая инфраструктура сибирского кольцевого источника фотонов "СКИФ"*. – 2022. – С. 13–73.
8. Купер К. Э. и др. Концептуальный проект Станции 1-5 «Диагностика в высокоэнергетическом рентгеновском диапазоне» // *Технологическая инфраструктура сибирского кольцевого источника фотонов "СКИФ"*. – 2022. – С. 168–226.
9. Степанов С. В. и др. Цифровой анализ керна: проблемы и перспективы // *Нефтяное хозяйство*. – 2018. – № . 2. – С. 18–22.



3



Биомедицина



РАЗГАДАТЬ ИСТИННУЮ АРХИТЕКТУРУ БИОМОЛЕКУЛ В ЕСТЕСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ НА РАЗ-ДВА-ТРИ



Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук»

660036, г. Красноярск,
Академгородок, 50



Институт физики им. Л.В. Киренского
Сибирского отделения Российской академии наук — обособленное подразделение Федерального исследовательского центра «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук»

660036, г. Красноярск,
Академгородок, 50, строение № 38

Морячков Роман Владимирович

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории цифровых управляемых лекарств и тераностики

тел.: +7-913-511-38-16, mrv@iph.krasn.ru

Заблуда Владимир Николаевич

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики магнитных явлений;

моб. тел.: +7-960-774-36-36, раб. тел.: (391) 243-26-35,
zvn@iph.krasn.ru



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Красноярский государственный медицинский университет имени профессора В.Ф. Войно-Ясенецкого» Министерства здравоохранения Российской Федерации

660022, г. Красноярск, ул. Партизана Железняка, 1

Кичкайло Анна Сергеевна

доктор биологических наук, ведущий научный сотрудник, заведующая лабораторией цифровых управляемых лекарств и тераностики ФИЦ КНЦ СО РАН, заведующая лабораторией биомолекулярных и медицинских технологий КрaсГМУ

тел.: +7-903-923-84-02, annazamay@yandex.ru

На сегодняшний день МалоУгловое Рентгеновское Рассеяние (МУРР) (англ. – Small-Angle X-Ray Scattering, SAXS) – один из самых удобных и достоверных методов изучения пространственной структуры биомолекул и их комплексов в нативной среде [1-4]. Повышенный интерес к этому методу обусловлен несколькими факторами. В первую очередь, МУРР – единственный экспериментальный метод, позволяющий «увидеть» биологическую макромолекулу такой, какая она есть в ее естественной среде в физиологических условиях организма. Метод может использоваться как самостоятельно, так и для получения недостающей информации, необходимой для молекулярного моделирования. Метод МУРР интересен для фундаментальных исследований и полезен для прикладных задач фармацевтической отрасли.

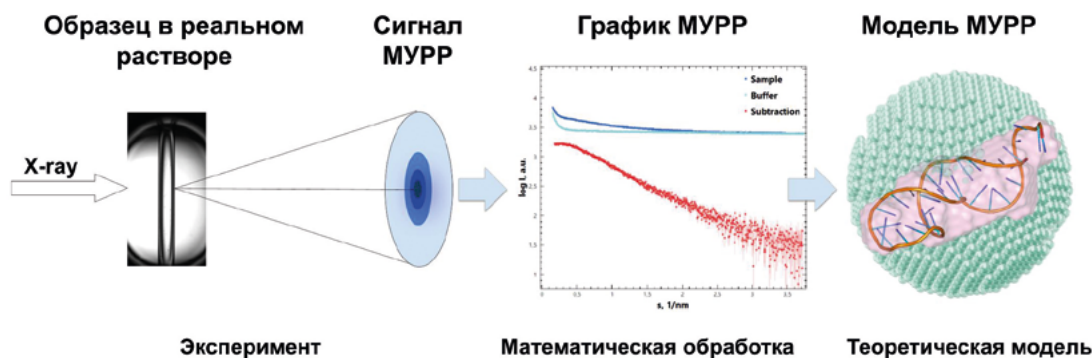


Рис. 1. Методология определения пространственной структуры биомолекул с помощью метода малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРП)

Малоугловое рентгеновское рассеяние – это упругое, то есть без изменения энергии фотонов, рассеяние рентгеновского излучения на исследуемых молекулах. Но поскольку такие биомолекулы как белки, ДНК и липиды имеют электронную плотность, близкую к электронной плотности физиологических растворов, то контраст между ними будет слабым. Чтобы добиться хорошей чувствительности, необходимо использовать мощный источник рентгеновского излучения, для этого идеально подходит синхротрон.

Метод МУРП позволяет определить размеры молекул, их массу, объём и пространственную конфигурацию. Метод позволяет определять эти параметры для объектов размером от единиц нанометров до микрометров, массой от 5 кДа до 100 МДа. При этом требуемые объёмы образца – от 1 микролитра, а концентрации раствора – от 0,5 до 10 г/л. На основе данных МУРП можно определить пространственную структуру (конформацию) биомолекулы с её последующим уточнением методами молекулярного моделирования. Либо, наоборот, можно сравнить теоретически рассчитанную модель молекулы с экспериментальными данными МУРП. Этот метод по разрешению уступает рентгеноструктурному анализу и ядерному магнитному резонансу, но, однако, позволяет получать информацию о молекулах непосредственно в растворе, исследовать неподдающиеся кристаллизации биомолекулы, в частности, одноцепочечные олигонуклеотиды и гибкие неупорядоченные белки, и, кроме того, требует значительно меньшего количества вещества для измерений. Методом МУРП можно исследовать сложные молекулярные конструкции, а также вирусы и наночастицы.

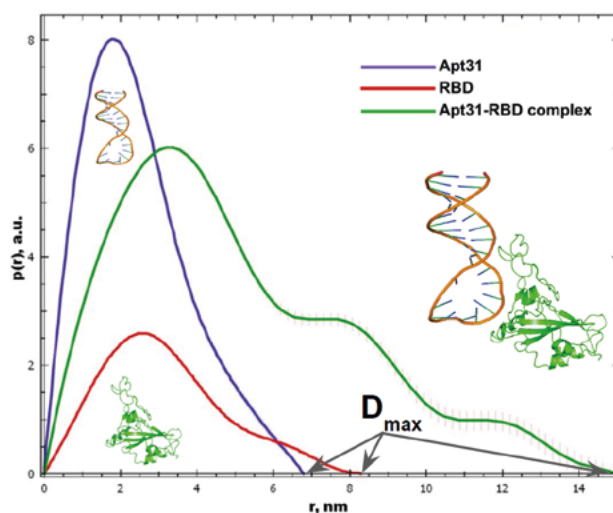


Рис. 2. Исследование образования надмолекулярного комплекса белка RBD с ДНК-аптамером Apt31 [5]

При изучении структуры и поведения биологических макромолекул встаёт много задач, часть из которых может быть решена методом МУРП. С его помощью удастся установить формирование комплекса из двух различных биомолекул, сравнимых по размеру и массе. На рисунке 2 приведен пример образования комплекса ДНК-белок. Сигнал МУРП можно получить как от каждой молекулы отдельно, так и от их комплекса. Наглядно видно, что в результате взаимодействия двух молекул образуется более крупная структура [5].

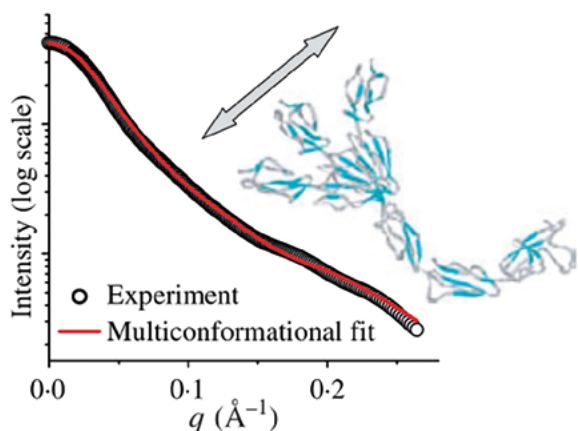


Рис. 3. Определение наличия нескольких конформаций молекулы β_2 -гликопротеина I, сумма сигналов которых совпадает с экспериментальными данными МУРР [6]

Золотым стандартом исследования структуры белковых молекул является рентгеновская дифракция на кристаллах, однако не все белки хорошо кристаллизуются. Олигонуклеотиды сами по себе не кристаллизуются, это можно сделать только в комплексе с белками, да и то далеко не всегда. Измерения МУРР проводят в жидких образцах, что позволяет определить пространственную форму и объём молекулы, отследить её конформационные изменения, а также наличие в растворе сразу нескольких конформаций, суммарный усреднённый сигнал от которых мы видим в эксперименте (Рисунок 3) [6].

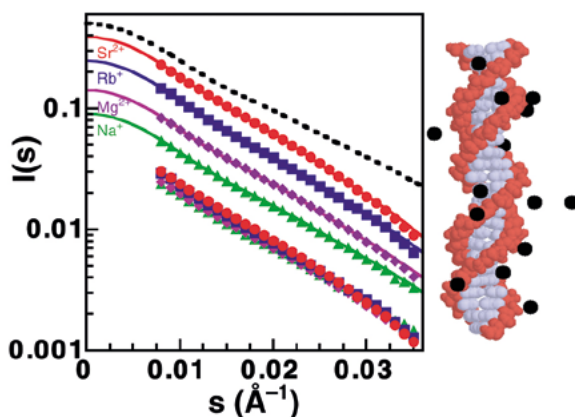


Рис. 4. Исследование окружения биомолекул в растворе. Ионный состав раствора влияет на конформацию молекулы и, следовательно, на сигнал МУРР [8]

На конформацию и поведение биомолекул в растворе влияет состав и параметры окружающей среды. И здесь метод МУРР может быть незаменимым помощником, поскольку позволяет изучать образцы в варьируемых условиях температуры, pH и ионного состава раствора (Рисунок 4) [7,8].

При изучении биомолекул основной из ключевых проблем является выделение отдельного типа молекул из общей многокомпонентной смеси. При использовании метода МУРР также критически важным является наличие моно-

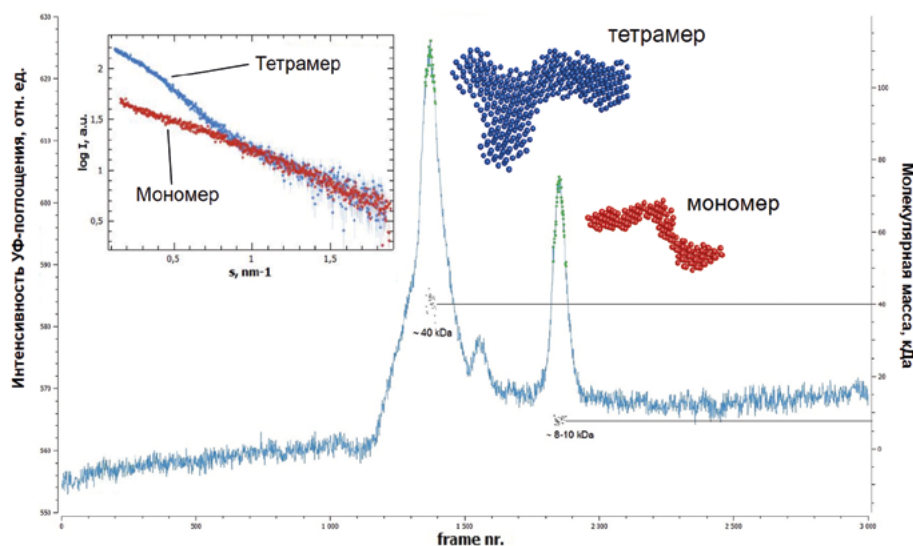


Рис. 5. Восстановление пространственной формы аптамера в мономерном и олигомерном состояниях [9]

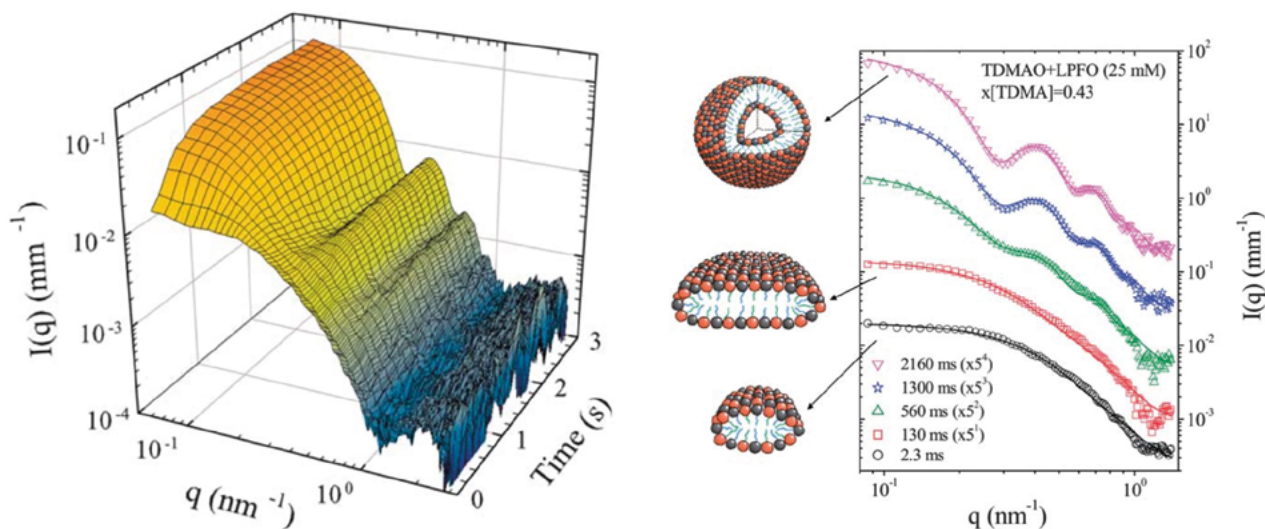


Рис. 6. Самосборка однослойных везикул, отслеживаемая с помощью метода МУПП [12]

дисперсного раствора, где преобладают молекулы только одного типа, размера и конформации, без образования олигомеров и агрегатов. В данном случае на помощь приходит совмещенная методика использования жидкостной эксклюзионной гель-хроматографии (ВЭЖХ, высокоэффективная жидкостная хроматография) вместе с МУПП (SEC-SAXS, Size-Exclusion Chromatography and SAXS), позволяющая разделить смесь на отдельные компоненты и анализировать их индивидуально (Рисунок 5) [9,10], а также разрабатываются методы деконволюции сигнала МУПП при неполном разделении раствора на компоненты [11].

Малоугловое рассеяние при использовании ярких синхротронных источников с высокочувствительными детекторами, позволяющими регистрировать сигнал с миллисекундным временным разрешением от слабоссеивающих объектов, открывает возможности для времязрешающих техник (TR-SAXS, Time-Resolved SAXS). С их помощью можно отслеживать быстрые изменения в структуре, этапы самосборки амфифильных молекул и другие процессы [12].

Метод МУПП незаменим для решения задач вирусологии, синтетической, структурной, молекулярной и даже клеточной биологии. Для фармацевтической отрасли метод МУПП может стать незаменимым при установлении молекулярных механизмов действия адресных лекарственных средств, экспериментальной верификации теоретически смоделированных лекарств. Максимальная реализация всех преимуществ метода

МУПП возможна только с помощью специализированной биологически-ориентированной станции в составе синхротронного центра. Для реализации этого метода необходим интенсивный монохроматический параллельный рентгеновский пучок диаметром до 0,5 мм, вакуумная труба, исключая рассеяние на воздухе, термостатируемый держатель образца, двухкоординатный детектор рентгеновского излучения для регистрации сигнала и программное обеспечение для обработки. Необходимо также наличие вблизи станции МУПП специализированной биологической лаборатории пробоподготовки, оборудованной центрифугами, спектрофотометрами, хроматографами и др. В настоящее время в России доступны постоянно модернизируемая синхротронная станция БиоМУР в Курчатовском институте в Москве [13] и несколько лабораторных установок, но они не обладают достаточной чувствительностью и требуют повышенного времени накопления сигнала. Доступны для подачи заявок и проведения измерений также синхротроны с биологическими станциями МУПП в Китае (станция BL19U2 на синхротроне SSRF), Бразилии (станция SAPUCAIA синхротрона Sirius) и других странах.

Существующая станция БиоМУР в Курчатовском институте позволяет проводить различные эксперименты в пределах своих возможностей, но ее мощностей недостаточно для удовлетворения растущих потребностей научного сообщества и фармкомпаний в биологических исследованиях. Для существенного расширения возможностей МУПП специализированная станция должна быть

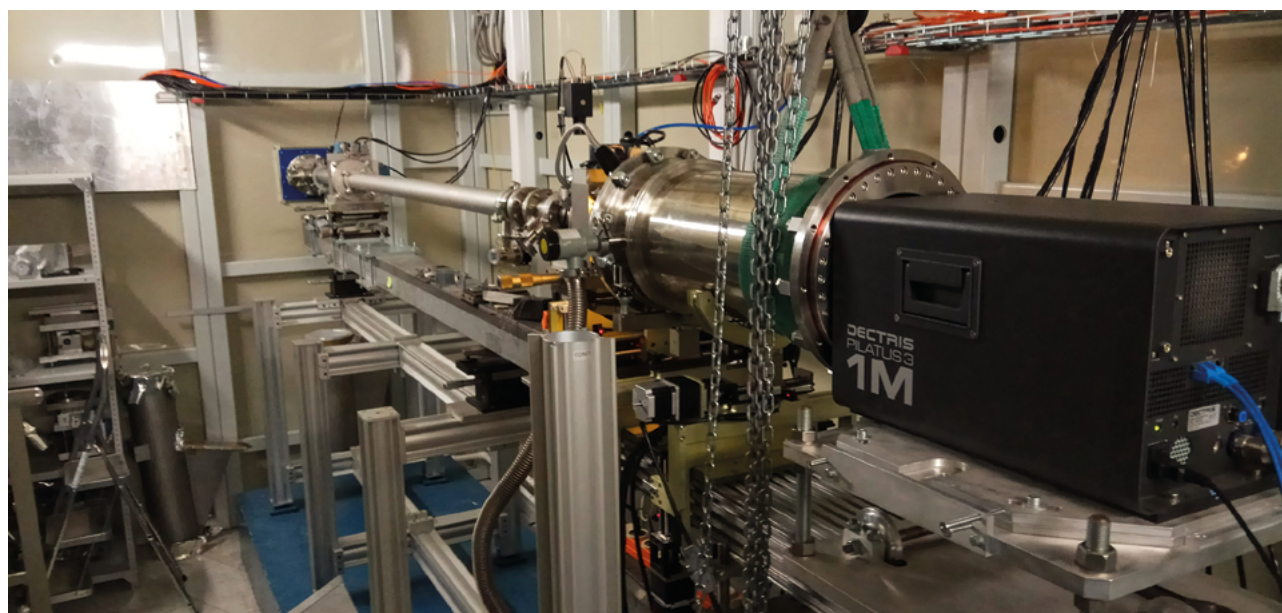


Рис. 7. Станция малоуглового рентгеновского рассеяния БиоМУР Курчатовского специализированного источника синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов»

оснащена современным оборудованием биологической пробоподготовки. При этом новый, яркий источник синхротронного рентгеновского излучения позволит существенно повысить чувствительность метода МУРР, проводить исследования с разрешением по времени, в зависимости от поляризации падающего излучения и т.д. Поэтому создание новой биологически-ориентированной станции МУРР на синхротроне СКИФ в Новосибирске является необходимым условием дальнейшего развития как фундаментальной российской науки, так и реального сектора экономики, включающего в себя биотехнологическую отрасль, биоинженерию, фармацевтическую промышленность и здравоохранение.

Список литературы:

1. Gräwert M., Svergun D. A beginner's guide to solution small-angle X-ray scattering (SAXS) //The Biochemist. – 2020. – Т. 42. – № . 1. – С. 36–42.
2. Mertens H. D. T., Svergun D. I. Structural characterization of proteins and complexes using small-angle X-ray solution scattering //Journal of structural biology. – 2010. – Т. 172. – № . 1. – С. 128–141.
3. Blanchet C. E., Svergun D. I. Small-angle X-ray scattering on biological macromolecules and nanocomposites in solution //Annual review of physical chemistry. – 2013. – Т. 64. – С. 37–54.
4. Tomilin F. N. et al. Four steps for revealing and adjusting the 3D structure of aptamers in solution by small-angle X-ray scattering and computer simulation //Analytical and bioanalytical chemistry. – 2019. – Т. 411. – С. 6723–6732.
5. Mironov V. et al. Structure-and Interaction-Based Design of Anti-SARS-CoV-2 Aptamers //Chemistry–A European Journal. – 2022. – Т. 28. – № . 12. – С. e202104481.
6. Putnam C. D. et al. X-ray solution scattering (SAXS) combined with crystallography and computation: defining accurate macromolecular structures, conformations and assemblies in solution //Quarterly reviews of biophysics. – 2007. – Т. 40. – № . 3. – С. 191–285.
7. Moryachkov R. V. et al. Small-angle scattering applications to the analysis of aptamer structure and conformational changes //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2020. – Т. 2299. – № . 1. – С. 040002.
8. Das R. et al. Counterion distribution around DNA probed by solution X-ray scattering //Physical Review Letters. – 2003. – Т. 90. – № . 18. – С. 188103.
9. Moryachkov R. V., Nikolaeva P. A., Spiridonova V. A. Structure approaches to study of DNA aptamers in solution //Siberian Medical Review. – 2021. – № . 2. – С. 76–78.
10. Jeffries C. M. et al. Preparing monodisperse macromolecular samples for successful biological small-angle X-ray and neutron-scattering experiments //Nature protocols. – 2016. – Т. 11. – № . 11. – С. 2122–2153.
11. Konarev P. V. et al. EFAMIX, a tool to decompose inline chromatography SAXS data from partially overlapping components //Protein Science. – 2022. – Т. 31. – № . 1. – С. 269–282.
12. Gummel J. et al. Concentration dependent pathways in spontaneous self-assembly of unilamellar vesicles //Soft matter. – 2011. – Т. 7. – № . 12. – С. 5731–5738.
13. Peters G. S. et al. The small-angle X-ray scattering beamline BioMUR at the Kurchatov synchrotron radiation source //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2019. – Т. 945. – С. 162616.

Сотрудница лаборатории биомолекулярных и медицинских технологий Красноярского государственного медицинского университета имени профессора В.Ф. Войно-Ясенецкого проверяет эффективность новых лекарственных молекул, разработанных с использованием МУРР





ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ИНЖИНИРИНГОВОГО ЦЕНТРА ИК СО РАН

(ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «ИНСТИТУТ КАТАЛИЗА
ИМ. Г.К. БОРЕСКОВА СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК»)



Инжиниринговый центр ИК СО РАН образован для обеспечения полного цикла научно-исследовательских и инжиниринговых работ, а также подготовки кадров для ведущих компаний, специализирующихся в области нефтепереработки и нефтехимии, газохимии, азотной промышленности, энергетики, экологии.

Основными целями Инжинирингового центра ИК СО РАН являются:

1. для решения задач импортозамещения — выполнение поисковых ориентированных исследований, обеспечение ускоренной разработки каталитических процессов и технологий получения катализаторов и носителей на пилотном уровне путем создания технологической и испытательной базы для катализаторов, разрабатываемых в ИК СО РАН;
2. создание инфраструктуры для разработки технологической и конструкторской документации для процессов и катализаторов, которые проходят масштабирование на пилотном уровне в Инжиниринговом центре ИК СО РАН;
3. обеспечение инжинирингового сопровождения разработок на стадии их промышленного освоения;
4. формирование и реализация коммерчески значимых проектов на основе научных разработок Института катализа СО РАН;
5. организация и инжиниринговое обеспечение работ в области создания новых катализаторов и каталитических процессов на их основе, в том числе на пилотном уровне;
6. инженерно-конструкторское обеспечение новых технологических процессов;
7. организация технологического и инженерного сопровождения разработок Института;
8. мониторинг технологических вызовов организаций реального сектора экономики и формирование проектов для выполнения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ для указанных организаций.



Инжиниринговый центр ИК СО РАН обладает более чем 250 единицами аналитического и технологического оборудования для приготовления и испытания катализаторов на лабораторном и пилотном уровне, включая:

Для измельчения и смешения:

- планетарные мельницы для измельчения и механической активации
- шаровые мельницы
- гидродинамическая мельница-активатор кавитационного типа
- дезинтергаторы для измельчения сыпучих материалов
- щековая дробилка для измельчения материалов менее 50 мм
- вихревой измельчитель для тонкого и сверхтонкого помола
- дисковые мельницы производительностью до 5 кг/ч

- роторно-инерционная мельница
- роторные диспергаторы
- роторные смесители объемом 25, 63 и 100 л

Для сушки и прокалики:

- вертикальные печи для гранулированных материалов
- муфельная печь до 1100 °С (13 л)
- муфельные печи до 1200 °С (до 200 л)
- муфельная печь до 1300 °С (6 л)
- муфельная печь до 1400 °С (50 л)
- камерная печь до 1750 °С (5 и 140 л)
- барабанная печь до 1350 °С
- печь с виброожиженным слоем песка до 800 °С
- сушильные шкафы до 450 °С и объемом до 1 м³
- распылительные сушилки производительностью до 5 кг/ч



- установки Цефлар для термоактивации порошковых материалов производительность до 50 кг/ч

Для формовки:

- таблеточные прессы производительностью до 380 таблеток/мин
- лабораторные прессы
- нутч-фильтры
- вакуум-пресс вакуумный золотниковый
- дисковый (тарельчатый) гранулятор производительностью до 5 кг/ч
- шнековые и плунжерные экструдеры производительностью до 90 кг/ч
- просеивающая машина
- лабораторные центрифуги и до 20 кг
- лабораторный экструдер Brabender для определения давления экструзии

- отрезной станок для резки блочных изделий сотовой структуры
- машинка для гофрирования проволочных сеток для картриджей из стекловолокнистых катализаторов

Для осаждения и пропитки:

- репульаторы с мешалкой объемом 120 л
- емкостное оборудование с нагревом объемом до 100 л
- емкостное оборудование без нагрева объемом до 100 л
- эмалированные реакторы объемом до 100 л
- пропитыватель «пьяная бочка» объемом 200 л
- пропитыватель по принципу ионного обмена объемом до 60 л
- ультразвуковые ванны для приготовления суспензий объемом до 28 л
- установка для пульсационной пропитки объемом до 60 л

Яковлев Вадим Анатольевич

Руководитель Инжинирингового центра
ИК СО РАН, доктор химических наук

тел.: +7 (383) 326-96-50

e-mail: yakovlev@catalysis.ru

80+

ВЫСОКОКВАЛИФИЦИРОВАННЫХ СПЕЦИАЛИСТОВ

обеспечивают деятельность
Инжинирингового центра —
доктора и кандидаты наук,
ведущие инженеры, инженеры-
технологи, лаборанты, аспиранты
и студенты старших курсов.

Для тестирования катализаторов:

- пилотная установка с трубчатым реактором длиной 2,5 м и нагревом до 400 °С
- пилотная установка с кожухо-трубчатым реактором длиной 2 м и нагревом до 380 °С
- пилотная установка кипящего слоя для наработки углерод-минерального сорбента производительностью до 4 кг/ч
- пилотная установка для наработки СО из муравьиной кислоты
- лабораторные проточные установки тестирования катализаторов с давлением до 0,2 МПа
- лабораторные проточные установки тестирования катализаторов с давлением до 10 МПа
- проточно-циркуляционная установка для измерения стационарных скоростей реакций
- автоклавные установки с объемом реактора до 2 л
- установки кипящего слоя для процессов окисления, газификации и пиролиза
- лабораторный реактор для исследования жидкофазных каталитических процессов при давлениях до 1,0 МПа и температурах до –20 °С
- демонстрационно-испытательный стенд с моделью вихревого жидкостного экстрактора
- установки для изучения кинетики каталитической реакции окисления аммиака при атмосферном и повышенном давлении
- установка для определения активности катализаторов в реакции орто-пара превращения водорода при температурах от –210 до +320 °С и давлении до 3,0 Мпа
- установка для определения низкотемпературной и высокотемпературной каталитической активности серноокислотных катализаторов.

Аналитическое оборудование, включая газовые хроматографы марки Хромос, Цвет, Кристалл, Shimadzu, Agilent, спектрофотометры, Фурье-спектрометр, газоанализаторы, масс-спектрометр, микроскопы цифровые, аппарат для определения коксуетности по Конрадсону, термостат вискозиметрический, рефрактометр, хемосорбционный анализатор, автоматический титратор по методу Карла-Фишера, калориметр, газосчетчики, CHNSO-анализатор элементного состава, оборудование для определения насыпной плотности, механической прочности на раздавливание и истирание по ASTM, вязкости по ASTM, оборудование для приготовления калибровочных и поверочных газовых смесей и пр.

Инжиниринговый центр оказывает услуги и проводит заказные НИОКР по:

- импортозамещению промышленных катализаторов
- разработке новых катализаторов и сорбентов для перспективных процессов
- исследованию промышленных катализаторов, включая определение физико-химических свойств и их тестирование в условиях, приближенных к промышленным процессам
- наработке опытных партий катализаторов
- разработке Исходных данных на проектирование опытных и опытно-промышленных линий производства катализаторов и сорбентов
- научно-технологическому сопровождению процесса производства разрабатываемых катализаторов и сорбентов на катализаторных заводах и промышленных площадках заказчика.

ФОТОРЕПОРТАЖ СКИФ

2021-2024



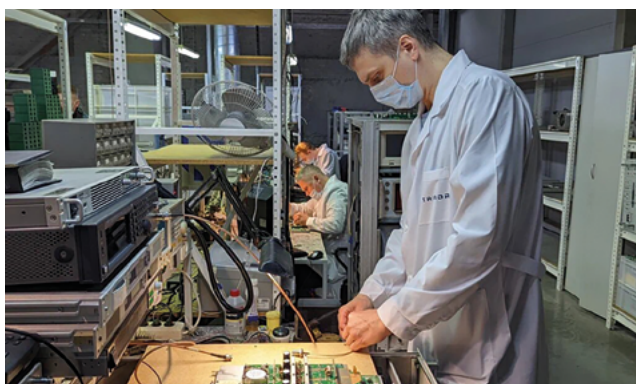
Руководство страны и региона на торжественной церемонии старта строительства ЦКП «СКИФ» (август 2021)



Генеральный директор АО «ЦПТИ» Михаил Тарасов, директор ИК СО РАН Валерий Бухтияров и Владимир Минаев (АО «КОНЦЕРН ТИТАН-2») на торжественной церемонии старта строительства ЦКП «СКИФ» (август 2021)

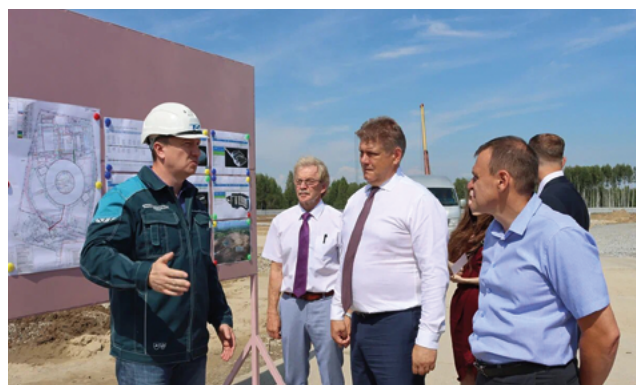


Торжественная церемония старта строительства ЦКП «СКИФ» (август 2021)



На площадке новосибирского предприятия радиоэлектронной промышленности ООО «НПП Триада ТВ», которое изготовило для ЦКП «СКИФ» высокочастотные усилители мощности (февраль 2022)

Делегация Совета Федерации Федерального собрания РФ посетила экспериментальное производство Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, в том числе участки производства оборудования для ЦКП «СКИФ» (май 2022)

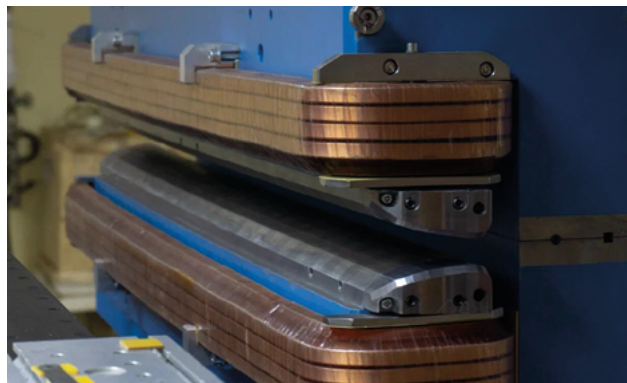


Полномочный представитель Президента РФ в СФО Анатолий Серышев на строительной площадке ЦКП «СКИФ» (июль 2022)

Строительная площадка ЦКП «СКИФ» (июль 2022)



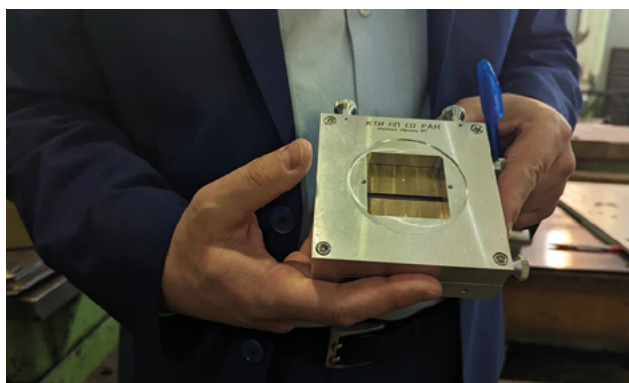
Заместитель Председателя Правительства РФ Дмитрий Чернышенко на строительной площадке ЦКП «СКИФ» (август 2022)



Первый магнит накопительного кольца ЦКП «СКИФ» (декабрь 2022)



Беспроводные аппараты «разрезная сфера» (БАРС) — разработка Института геологии и минералогии им. В. С. Соболева СО РАН — позволяют выращивать крупные высококачественные монокристаллы алмаза, необходимые для изготовления алмазных окон для фронтендов ЦКП «СКИФ» (январь 2023)



Рентгеновская щель для одной из экспериментальных станций ЦКП «СКИФ» производства Конструкторско-технологического института научного приборостроения СО РАН (февраль 2023)



Полномочный представитель Президента РФ в СФО Анатолий Серышев посетил экспериментальное производство Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, где изготавливается оборудование для ЦКП «СКИФ» (апрель 2023)



Старт летней Межрегиональной студенческой стройки «СКИФ». Помогать профессиональным строителям приехали студенческие стройотряды из 9 регионов России (июль 2023)



На экспериментальном производстве Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, который выступает генеральным конструктором и изготовителем оборудования ускорительного комплекса ЦКП «СКИФ» (октябрь 2023)



Строительная площадка ЦКП «СКИФ» (январь 2024)



Фронтенды ЦКП «СКИФ» (комплексы оборудования для вывода синхротронного излучения из основного накопителя на экспериментальную станцию) производства Конструкторско-технологического института научного приборостроения СО РАН (февраль 2024)



Начало компоновки магнитной системы накопительного кольца СКИФ (февраль 2024)



Начало компоновки магнитной системы накопительного кольца СКИФ (февраль 2024)

