

СИБИРСКИЙ ФИЗИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Научный журнал
Основан в 2006 году

2022. Том 17, № 3

СОДЕРЖАНИЕ

Физика высоких энергий, ускорителей и высокотемпературной плазмы

- Воинцев В. А., Гаврисенко Д. Ю., Кондаков А. А., Сотников О. З., Финашин Р. А. Исследование высокочастотного генератора плазмы с многосекундной длительностью работы 5

Физика жидкости, нейтральных и ионизованных газов

- Козлов В. В., Литвиненко М. В., Литвиненко Ю. А., Тамбовцев А. С., Шмаков А. Г. Исследование режимов диффузионного горения микроструи водорода 12
- Маслов А. А., Старов А. В., Цырюльников И. С. Применение акселерометров при измерении аэродинамических сил в установках кратковременного действия 22

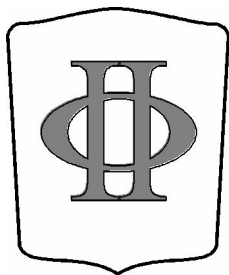
Физика твердого тела, полупроводников, наноструктур

- Ездин Б. С., Васильев С. А., Яценко Д. А., Федоров В. Е., Иванова М. Н., Каляда В. В., Пахаруков Ю. В., Шабиев Ф. К., Зарвин А. Е. Синтез углеродных наночастиц в реакторе сжатия в атмосфере буферных газов 29
- Косарев В. Ф., Шикалов В. С., Фуад М. Г., Видюк Т. М., Клинов С. В. Структура и свойства композиционных покрытий, формируемых методом холодного газодинамического напыления смесей порошков алюминия и карбида бора 47
- Онаркулов К. Э., Нурдинова Р. А., Юлдашев Ш. А., Юлдашев А. А. Разработка теплопреобразователя на основе аномального фотовольтаического эффекта 53

Учебно-методическое обеспечение преподавания физики

- Фомин В. М. Кафедра аэрофизики и газовой динамики физического факультета Новосибирского государственного университета 60
- Гейдт П. В., Аржанников А. В., Асеев А. Л., Шкляев А. А., Володин В. А., Азаров И. А., Зайковский В. И., Уткин Д. Е., Ларичев Ю. В., Чепкасов С. Ю., Кузнецов С. А. Аналитический и технологический исследовательский центр «Высокие технологии и наноструктурированные материалы» ФФ НГУ: история, становление и достигнутые результаты 66
- Пархомчук В. В., Петрожицкий А. В., Игнатов М. М., Пархомчук Е. В. Центр коллективного пользования «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ» 89
- Предтеченский М. Р., Хасин А. А. Кафедра нанокompозитных материалов Новосибирского государственного университета (физический факультет, факультет естественных наук) 102

- Информация для авторов 109



Сибирский физический журнал

Журнал адресован профессорско-преподавательскому составу университетов, научным работникам, аспирантам и студентам, которые интересуются новейшими результатами фундаментальных и прикладных исследований по различным направлениям физики и физико-технической информатики.

Редакция принимает к опубликованию обзоры и оригинальные научные статьи по тем направлениям физики, которые, главным образом, представлены на кафедрах физического факультета НГУ. Принимаются также к рассмотрению статьи по другим направлениям, если в ходе рецензирования подтверждается их высокий научный статус.

Мы приглашаем научные коллективы и отдельных авторов направлять к нам для опубликования материалы по следующим основным разделам:

- квантовая оптика, квантовая электроника;
- радиофизика и электроника;
- теоретическая и математическая физика;
- физика жидкости, нейтральных и ионизованных газов;
- физика высоких энергий, ускорителей и высокотемпературной плазмы;
- физика твердого тела, полупроводников, наноструктур;
- физика химическая, биологическая и медицинская;
- информатика, информационно-коммуникационные технологии;
- учебно-методическое обеспечение преподавания физики.

Периодичность выхода издания – 4 раза в год. Журнал включен в перечень ВАК выпускаемых в Российской Федерации научных и научно-технических изданий, в которых рекомендуется публикация основных результатов диссертаций на соискание ученой степени кандидата и доктора наук.

SIBERIAN JOURNAL OF PHYSICS

Scientific Journal
Since 2006
In Russian

2022. Volume 17, № 3

CONTENTS

High-Energy and Accelerator Physics, Physics of High-Temperature Plasma

- Vointsev V. A., Gavrisenko D. Yu., Kondakov A. A., Sotnikov O. Z., Finashin R. A.*
Investigation of a Radiofrequency Plasma Generator for Multi-Second Pulse Operation 5

Physics of a Fluid, Neutral and Ionized Gases

- Kozlov V. V., Litvinenko M. V., Litvinenko Yu. A., Tambovtsev A. S., Shmakov A. G.* Study of the Regimes of Diffusive Combustion of a Hydrogen Microjet 12
- Maslov A. A., Starov A. V., Tsyryulnikov I. S.* Application of Accelerometers for Measuring Aerodynamic Forces in Short-Term Facilities 22

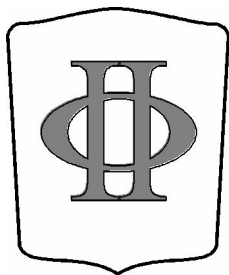
Solid-State and Semiconductor Physics, Physics of Nanostructures

- Ezdin B. S., Vasiljev S. A., Yatsenko D. A., Fedorov V. E., Ivanova M. N., Kalyada V. V., Pakharukov Yu. V., Shabiev F. K., Zarvin A. E.* The Synthesis of Carbon Nanoparticles in a Compression Reactor in the Atmosphere of Buffer Gases 29
- Kosarev V. F., Shikalov V. S., Fouad M. G., Vidyuk T. M., Klinkov S. V.* Structure and Properties of Composite Coatings Cold Sprayed from Powder Mixtures of Aluminum and Boron Carbide 47
- Onarkulov K. E., Nurdinova R. A., Yuldashev Sh. A., Yuldashev A. A.* Development of a Heat Converter Based on the Anomalous Photovoltaic Effect 53

Educational and Methodological Provision of Teaching of Physics

- Fomin V. M.* Chair of Aerophysics and Gas Dynamics of the Physics Department at Novosibirsk State University 60
- Geydt P. V., Arzhannikov A. V., Aseev A. L., Shklyayev A. A., Volodin V. A., Azarov I. A., Zaikovskii V. I., Utkin D. E., Larichev Yu. V., Chepkasov S. Y., Kuznetsov S. A.* Analytical and Technological Research Center “High Technologies & Nanostructured Materials”: History, Formation and Achieved Results 66
- Parkhomchuk V. V., Petrozhitskii A. V., Ignatov M. M., Parkhomchuk E. V.* Accelerator Mass Spectrometry “Golden Valley” 89
- Predtechenskiy M. R., Khasin A. A.* Department of Nanocomposite Materials of Novosibirsk State University (Physics Department, Department of Natural Sciences) 102

- Instructions for Contributors 109



Siberian Journal of Physics

The magazine is addressed to the faculty of universities, science officers, post-graduate students and students who are interested in the newest results fundamental and applied researches in various directions of physics and physico-technical computer science.

Edition accepts to publication reviews and original scientific articles in those directions of physics which, mainly, are presented on faculties of physical faculty of NSU. Are accepted also to viewing article in other directions if during reviewing their high title proves to be true.

We invite scientific personnel and separate authors to guide to us for publication materials on following basic sections:

- Quantum Optics, Quantum Electronics;
- Radiophysics and Electronics;
- The theoretical and Mathematical Physics;
- Physics of a Fluid, Neutral and Ionized Gases;
- High-Energy and Accelerator Physics, Physics of High-Temperature Plasma;
- Solid-state and semiconductor physics, physics of nanostructures;
- Chemical, Biological and Medical Physics;
- Computer Science, Information-Communication Technologies;
- Educational and Methodical Provision of Teaching of Physics

Periodicity of an exit of the edition – 4 times a year. The magazine is included in list Higher Attestation Committee of scientific and technical editions in Russian Federation in which the publication of the basic results of dissertations on competition of a scientific degree of the doctor and candidate of sciences is recommended.

Editor in Chief Andrej V. Arzhannikov
Executive Secretary Sofiya A. Arzhannikova

Editorial Board of the Journal

S. V. Alekseenko, A. V. Arzhannikov, A. L. Aseev, S. N. Bagaev, A. E. Bondar
S. A. Dzyuba, S. I. Eidelman, V. S. Fadin, V. M. Fomin, A. A. Ivanov, B. A. Knyazev, V. V. Kozlov, E. V. Kozyrev
A. V. Latyshev, I. B. Logashenko, V. P. Maltsev, A. G. Pogosov, A. L. Reznik, A. V. Shalagin
V. I. Telnov, S. V. Tsibulya

The series is published quarterly in Russian since 2006
by Novosibirsk State University Press

The address for correspondence
Physics Department, Novosibirsk State University
Pirogov Street 2, Novosibirsk, 630090, Russia
Tel. +7 (383) 363 44 25

E-mail address: physics@vestnik.nsu.ru
On-line version: <http://www.phys.nsu.ru/vestnik/>

Научная статья
УДК 533.9.082.76
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-5-11

Исследование высокочастотного генератора плазмы с многосекундной длительностью работы

**Вадим Александрович Воинцев¹, Даниил Юрьевич Гаврисенко²
Алексей Анатольевич Кондаков³, Олег Захарович. Сотников⁴
Роман Андреевич Финашин⁵**

Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН
Новосибирск, Россия

¹v.vointsev@alumni.nsu.ru

²d.gavrisenko@g.nsu.ru

³A.A.Kondakov@inp.nsk.su

⁴Sotnikov@inp.nsk.su, <https://orcid.org/0000-0001-5029-3161>

⁵romanfinashindoc@mail.ru

Аннотация

Приведены результаты испытаний мощного высокочастотного генератора плазмы, разработанного для инжектора высокоэнергетичных атомов. Для работы в многосекундных импульсах в генератор введен охлаждаемый щелевой экран. Описывается стабильная работа генератора в импульсах длительностью 20 секунд при ~38 кВт входной мощности, подаваемой на антенну. Проведены измерения плотности ионного тока плазмы на выходе генератора. Исследован нагрев элементов генератора в течении рабочего импульса. Определены основные факторы, влияющие на потерю подаваемой мощности. Снижены потери мощности, вызванные вихревыми токами в кольцевых фланцах.

Ключевые слова

высокочастотный генератор плазмы, защитный экран, инжектор высокоэнергетичных нейтралов

Для цитирования

Воинцев В. А., Гаврисенко Д. Ю., Кондаков А. А., Сотников О. З., Финашин Р. А. Исследование высокочастотного генератора плазмы с многосекундной длительностью работы // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 5–11. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-5-11

Investigation of a Radiofrequency Plasma Generator for Multi-Second Pulse Operation

**Vadim A. Vointsev¹, Daniil Yu. Gavrisenko², Alexey A. Kondakov³,
Oleg Z. Sotnikov⁴, Roman A. Finashin⁵**

Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

¹v.vointsev@alumni.nsu.ru

²d.gavrisenko@g.nsu.ru

³A.A.Kondakov@inp.nsk.su

⁴Sotnikov@inp.nsk.su, <https://orcid.org/0000-0001-5029-3161>

⁵romanfinashindoc@mail.ru

Abstract

This paper presents the test results of a radiofrequency (RF) plasma generator, developed for neutral beam injectors. A water cooled faraday screen is installed into the generator for multi-second pulse operation. Consistent operation achieved for 20-second long pulses with input power of 38 kW is described. The density of the ion current was measured.

© Воинцев В. А., Гаврисенко Д. Ю., Кондаков А. А., Сотников О. З., Финашин Р. А., 2022

The experiments were conducted to measure the density of the ion current at the driver's output and to evaluate the heating of the driver's elements. Main factors affecting the power losses were determined. The power loss caused by the eddy currents in the driver's clamping flanges were reduced.

Keywords

radiofrequency plasma generator, faraday screen, neutral beam injectors

For citation

Vointsev V. A., Gavrisenko D. Yu., Kondakov A. A., Sotnikov O. Z., Finashin R. A. Investigation of a Radiofrequency Plasma Generator for Multi-Second Pulse Operation. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 5–11. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-5-11

Введение

Инжекторы быстрых атомов широко используются в крупных термоядерных установках для нагрева и диагностики плазмы. Инжекторы, разработанные в Институте ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН успешно используются на различных установках с магнитным удержанием плазмы [1; 2]. Пучки высокоэнергетичных атомов получают за счет ускорения положительных или отрицательных ионов и их последующей нейтрализации в специальной мишени. Для современных термоядерных установок требуются инжекторы, способные работать с пучками с многосекундной длительностью работы [2; 4]. Для работы в многосекундных режимах перспективно использовать источники отрицательных или положительных ионов на основе высокочастотного (ВЧ) индукционного разряда, создаваемого с помощью внутренней или внешней ВЧ-антенн [3].

Целью представленной работы было исследование мощного индукционного ВЧ генератора плазмы с многосекундным режимом работы, разработанного для инжектора на основе отрицательных ионов водорода [5]. Исследовались режимы работы генератора при входной мощности до 55 кВт и продолжительности рабочего импульса до 20 секунд.

1. Конструкция ВЧ генератора плазмы с многосекундной длительностью работы

Схема индукционного ВЧ генератора плазмы представлена на рисунке 1. Индукционный ВЧ разряд поддерживается внутри цилиндрического объема (7) при давлении водорода 0,3–2 Па и подаче ВЧ напряжения на внешнюю трехвитковую антенну (9). Плазма создается внутри цилиндра, сделанного из Al_2O_3 керамики с внутренним диаметром 200 мм, длиной 111 мм и толщиной стенки 7 мм. Внешняя антенна изготовлена из медной трубки диаметром 6 мм, на которую надета термоусаживаемая изоляционная трубка. С торцов плазма ограничена верхним фланцем с мультипольным магнитным полем (4) и нижним фланцем с проходным диаметром 200 мм (11). В центре верхнего фланца расположен узел напуска газа и искрового поджига ВЧ разряда (1–3). Вакуумное уплотнение керамики к торцевым фланцам осуществляется с помощью резиновых колец, прижимаемых фланцами (6 и 10).

Для предотвращения перегрева керамики и ее эрозии плазмой в генератор вставлен защитный цилиндрический экран с Z-образными щелями для проникновения ВЧ поля (рис. 2а) [6]. Z-образные жалюзи экрана сформированы из сплюснутых нержавеющей трубок с исходным диаметром 8 мм и припаянным к ним молибденовых пластин толщиной 0,5 мм и шириной 17 мм (рис. 2б).

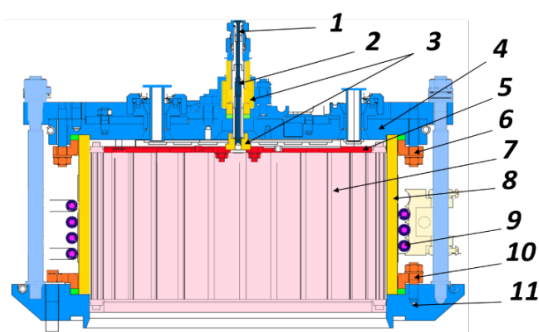


Рис. 1. Схема индукционного ВЧ генератора плазмы: 1 – дозатор водорода, 2 – канал напуска водорода, 3 – изоляторы узла поджига, 4 – верхний фланец, 5 – цилиндрический щелевой экран, 6 – верхний прижимной фланец, 7 – объем плазмы, 8 – керамика Al_2O_3 , 9 – трехвитковая антенна, 10 – нижний прижимной фланец, 11 – нижний фланец

Fig. 1. Scheme of the inductive RF plasma generator: 1—hydrogen dispenser, 2—hydrogen inlet channel, 3—ignition unit insulators, 4—upper flange, 5—faraday screen, 6—upper clamping flange, 7—plasma volume, 8— Al_2O_3 ceramics, 9—three-turn antenna, 10—bottom clamping flange, 11—bottom flange

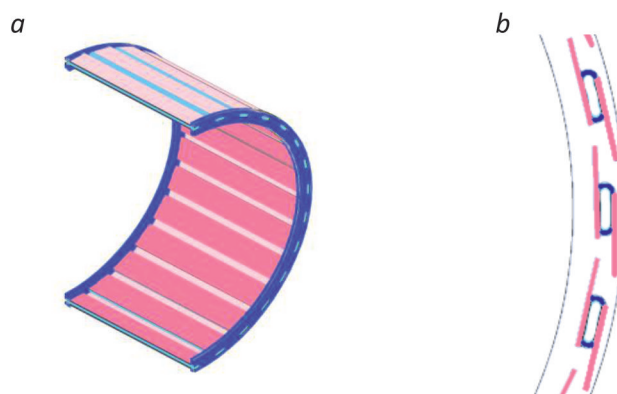


Рис. 2. Молибденовый экран с Z-образными щелями: а) 3D-рисунок половины экрана, б) поперечное сечение Z-образных жалюзи экрана

Fig. 2. Molybdenum faraday screen with Z-shaped slots: a) 3D drawing of half of the screen; b) cross-section of the screen's Z-louver

2. Тепловой режим ВЧ генератора плазмы

Для обеспечения работы генератора в режимах с большой мощностью и длительностью импульсов его основные компоненты (защитный экран, антенна, узел поджига, торцевые фланцы) охлаждаются посредством прокачки дистиллированной воды. Остальные элементы охлаждаются внутри путем отведения тепла через прижимные контакты, а снаружи – за счет конвекции воздуха. Основными источниками нагрева элементов генератора являются потоки оседающей на стенки плазмы, омические потери в ВЧ антенне и потери на вихревые токи, возбуждаемые ВЧ полем в кольцевых электродах (защитном экране, торцевых и уплотнительных фланцах). Численное моделирование теплового режима контактирующего с плазмой защитного экрана было произведено при помощи пакета COMSOL. Расчетные распределения температуры по поверхности экрана и по поверхности защитных жалюзи приведены на рисунке 3.

Максимальная температура жалюзи экрана в стационарном режиме при равномерной нагрузке мощностью 20 кВт и охлаждении экрана водой (20 °С, 10 л/мин) не превышает 140 °С (рис. 3). Расчетная температура спая молибденовых пластин с нержавеющей трубками (область X от 0 до 7 мм на рис. 3) не превышает 55 °С, в то время как максимальная температура торца молибденовых пластин не превышает 140 °С. Пониженная температура экрана в зоне пайки принципиально важна для обеспечения его устойчивой работы при циклической тепловой нагрузке (нагрев – охлаждение), которая была подтверждена последующими успешными испытаниями генератора с описываемым экраном в импульсах мощностью до 38 кВт и длительностью до 20 с.

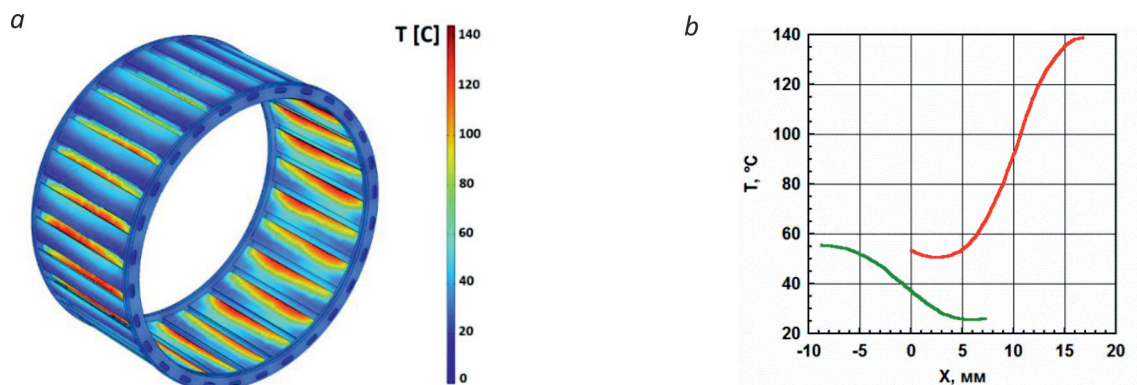


Рис. 3. Распределение температуры по поверхности экрана (a) и по поверхности защитных жалюзи (b: зеленая линия – внешняя пластина, красная – внутренняя) при равномерной нагрузке мощностью 20 кВт на внутреннюю поверхность экрана

Fig. 3. Temperature distribution over the surface of the screen (a) and over the surface of the protective Z-louver (b: green—outer plate, red—inner plate) with a uniform 20 kW load on the inner surface of the screen

Потери ВЧ мощности на вихревые токи, возбуждаемые в элементах конструкции, оценивались следующим образом. ВЧ поле генератора возбуждалось параллельным колебательным контуром с собственной частотой контура 4 МГц, индуктивностью которого является антенна генератора, а емкость состоит из набора внешних конденсаторов. В отсутствие плазмы мощность вихревых потерь P в контуре обратно пропорциональна эквивалентному «параллельному» сопротивлению контура R : $P = \frac{U^2}{2R}$, где U – амплитуда напряжения на антенне. Само эквивалентное параллельное сопротивление R можно найти, измеряя исходную добротность колебательного контура Q и его добротность Q^* с внешним сопротивлением r , добавленным параллельно исходному ВЧ контуру. В этом случае R определяется по формуле:

$$R = r \left(\frac{Q}{Q^*} - 1 \right)$$

Определенное таким образом параллельное сопротивление ВЧ генератора без защитного экрана составило $R = 6,5$ кОм, что при напряжении на антенне $U = 10$ кВ дает потери $P = 7,7$ кВт.

Аналогичным образом с помощью измерения добротностей контуров было определено влияние различных элементов ВЧ генератора на их вихревые потери. Установлено, что наибольший вклад в потери ВЧ мощности дают нержавеющие прижимные фланцы (6 и 10 на рис. 1). При нанесении медного покрытия на эти фланцы эквивалентное параллельное сопротивление контура (без экрана) было увеличено до 9,4 кОм, а вихревые потери снижены до $P \sim 5,3$ кВт (при $U = 10$ кВ).

Параллельное сопротивление контура с Z-образным защитным экраном и омедненными прижимными фланцами составило 5,6 кОм, что соответствует потерям $P = 8,9$ кВт при $U = 10$ кВ. Для дальнейшего снижения вихревых потерь ВЧ генератора с Z-образным экраном предлагается нанести тонкий слой меди толщиной 30 мкм с внешней стороны экрана.

3. Зондовые измерения плазмы

Плотность тока положительных ионов вытекающей плазмы измерялась плоским сеточным зондом [7], который устанавливался на выходе ВЧ генератора плазмы. Для измерения распределения плотности тока зонд перемещался вдоль диаметра генератора плазмы. Ионы плазмы вытягивались с помощью напряжения 2,5 кВ, прикладываемого между двумя электродами

зонда. На рисунке 4 показаны распределение плотности тока положительных ионов на зонд вдоль диаметра генератора с экраном с Z-образными щелями (а) и зависимость мощности ВЧ генератора $P_{ВЧ}$ и тока на зонд от напряжения на антенне (b). Ширина профиля на полувысоте составляет 170 мм, полный ток ионов на выходе из генератора плазмы диаметром 180 мм составил 46 А. Как видно на рисунке 4, плотность тока положительных ионов возрастает квадратично с напряжением на антенне и пропорциональна ВЧ мощности. При мощности 55 кВт плотность ионного тока составила 250 мА/см².

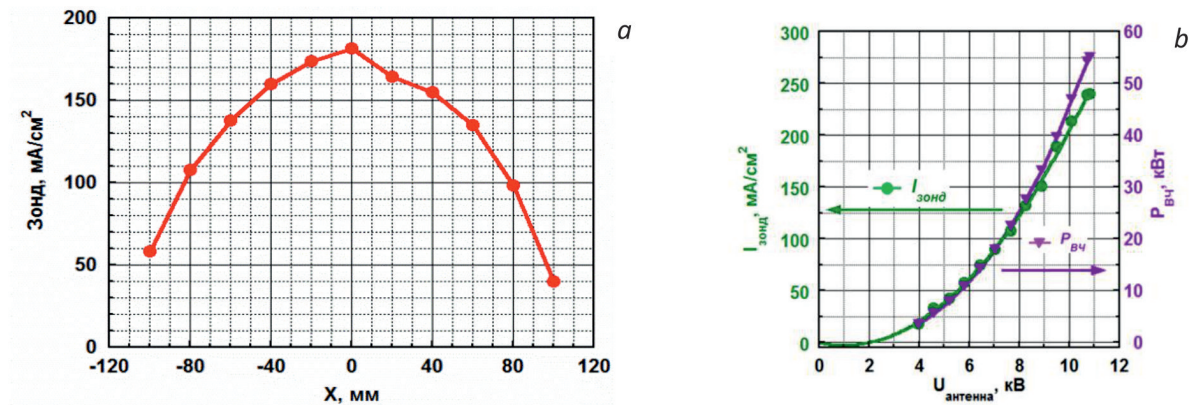


Рис. 4. Зондовые измерения: а – распределение плотности тока на сеточный зонд при мощности ВЧ генератора $P_{ВЧ} = 34$ кВт; б – зависимость выходной мощности ВЧ генератора $P_{ВЧ}$ и плотности тока положительных ионов на выходе генератора плазмы от напряжения на антенне $U_{\text{антенна}}$

Fig. 4. Probe measurements: а—distribution of the positive ion current density on the grid probe with the output power of 34 kW; б—the dependency of the output power of the RF driver and the current density from the voltage on the antenna

4. Работа ВЧ генератора плазмы в длинных импульсах

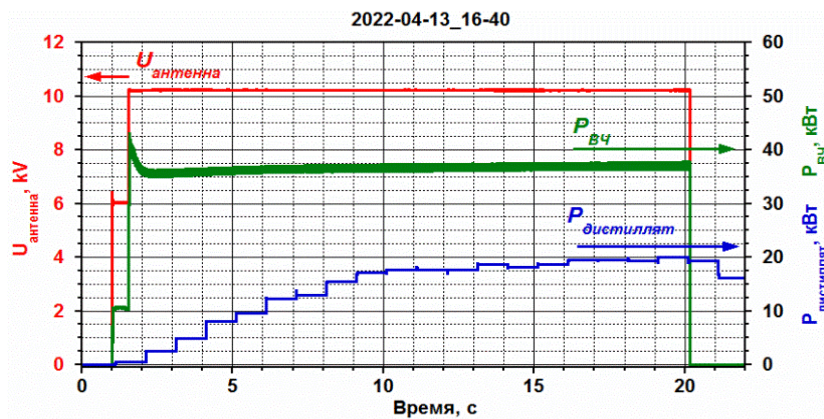


Рис. 5. Осциллограммы напряжения на антенне U_A и входной мощности $P_{ВЧ}$ в 20-секундном импульсе

Fig. 5. Antenna voltage and input power oscillograms during a 20-second pulse

Осциллограммы напряжения на ВЧ антенне, мощности ВЧ на выходе генератора и мощности, уносимой водой в импульсе ВЧ разряда длительностью 10 секунд, показаны на рисунке 5. Мощность, уносимая с ВЧ генератора водой, характеризует нагрев экрана и задней крышки. Характерное время нагрева экрана составляет 10 секунд, далее уносимая мощность выходит на стационар. Температура воды в стационарном режиме составила ~ 10 °С при потоке 20 л/мин.

Результаты испытаний генератора в режиме длинных импульсов показали, что защитный экран обеспечивает необходимую защиту керамики: видимых деформаций экрана или эрозии керамики не наблюдалось. Измерения показали, что при входной мощности 38 кВт потери и оседание плазмы в ВЧ генераторе составили 20 кВт, а оставшиеся 18 кВт проходили в виде плазмы в вакуумный объем. С учетом плазмы, падающей на экран, эффективность передачи ВЧ мощности в плазму составляет около 60 %. Основным источником потерь (~9 кВт) являются вихревые токи.

Заключение

В данной работе приведены результаты исследования генератора с Z-образным защитным экраном и его вихревых потерь. Экран с Z-образными щелями позволяет стабильно работать в режимах многосекундных импульсов с входной мощностью антенны 38 кВт и вкладываемой в разряд мощностью 23 кВт. Достигнута плотность тока на зонд 250 мА/см² при мощности 55 кВт. Эффективность передачи мощности плазме при мощности ВЧ генератора 38 кВт составляет около 60 %, значительная доля ВЧ мощности уходит на нагрев экрана. Омеднение фланцев привело к снижению потерь мощности на 5,5 %. Дальнейшее увеличение плотности тока плазмы возможно за счет установки внешних ферритов, увеличения мощности ВЧ генератора, а также нанесения на экран медного покрытия с внешней стороны для уменьшения вихревых потерь.

Список литературы

1. **Ivanov A. A. et al.** Radio frequency ion source for plasma diagnostics in magnetic fusion experiments // *Rev. Sci. Instrum.* 2000. No. 71. Pp. 3728–3735.
2. **Бельченко Ю. И., Давыденко В. И., Дейчули П. П. и др.** Исследования по физике и технике ионных и атомарных пучков в ИЯФ СО РАН // *Успехи физических наук.* 2018. № 188. С. 595–650.
3. **Brown I. G.** The Physics and Technology of Ion Sources. Wiley-VCH, 2004. 30 p.
4. **Belchenko Yu. et al.** Possible Scheme of Atomic Beam Injector for Plasma Heating and Current Drive at the TRT Tokamak // *Plasma Physics Reports.* 2021. No. 47(11). Pp. 1151–1157.
5. **Sotnikov O. et al.** Development of high-voltage negative ion based neutral beam injector for fusion devices // *Nuclear Fusion.* 2021. No. 61. P. 116017.
6. **Тиунов М. А.** Полный расчет трехмерных квазистационарных электромагнитных полей в приближении сильного скин-эффекта методом граничных интегральных уравнений // *Вестник НГУ. Серия: Физика.* 2014. № 9.
7. **Shikhovtsev I. V. et al.** Inductive RF drivers for neutral beam injectors at BINP. AIP Conf. Proc, 2018. No. 2052. P. 040016.

References

1. **Ivanov A. et al.** Radio frequency ion source for plasma diagnostics in magnetic fusion experiments. *Rev. Sci. Instrum.*, 2000, vol. 71, pp. 3728–3735.
2. **Belchenko Yu., Davydenko V., Deichuli P. et al.** Research in physics and technology of ion and atomic beams at the INP SB RAS. *Advances in the physical sciences*, 2018, vol. 188, pp. 595–650.
3. **Brown I. G.** The Physics and Technology of Ion Sources. *Wiley-VCH*, 2004, vol. 30.
4. **Belchenko Yu. et al.** Possible Scheme of Atomic Beam Injector for Plasma Heating and Current Drive at the TRT Tokamak. *Plasma Physics Reports*, 2021, vol. 47(11), pp. 1151–1157.
5. **Sotnikov O. et al.** Development of high-voltage negative ion based neutral beam injector for fusion devices. *Nuclear Fusion*, 2021, vol. 61, p. 116017.

6. **Tiunov M.** Complete calculation of three-dimensional quasi-stationary electromagnetic fields in the strong skin-effect approximation by the method of boundary integral equations. *Vestnik NSU. Series: Physics*, 2014, vol. 9.
7. **Shikhovtsev I. et al.** Inductive RF drivers for neutral beam injectors at BINP. *AIP Conf. Proc.*, 2018, vol. 2052, p. 040016.

Информация об авторах

Олег Захарович Сотников, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия)

Вадим Александрович Воинцев, аспирант, инженер-исследователь, Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия)

Даниил Юрьевич Гаврисенко, магистрант Новосибирского Государственного Университета, старший лаборант, Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия)

Алексей Анатольевич Кондаков, научный сотрудник, Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия)

Роман Андреевич Финашин, научный сотрудник, кандидат технических наук, Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия)

Information about the Authors

Oleg Z. Sotnikov, Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russian Federation)

Vadim A. Vointsev, Graduate Student, Researcher-Engineer, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russian Federation)

Daniil Yu. Gavrisenko, Master Student of Novosibirsk State University, Senior Assistant, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russian Federation)

Alexey A. Kondakov, Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russian Federation)

Roman A. Finashin, Researcher, Candidate of Technical Sciences, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russian Federation)

*Статья поступила в редакцию 30.06.2022; одобрена после рецензирования 13.09.2022;
принята к публикации 13.09.2022*

*The article was submitted 30.06.2022; approved after reviewing 13.09.2022;
accepted for publication on 13.09.2022*

Научная статья

УДК 532.525.5

DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-12-21

Исследование режимов диффузионного горения микроструи водорода

Виктор Владимирович Козлов¹, Мария Викторовна Литвиненко²
Юрий Алексеевич Литвиненко³, Александр Сергеевич Тамбовцев⁴
Шмаков Андрей Геннадиевич⁵

^{1,4}Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН
Новосибирск, Россия

¹⁻⁵Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

⁵Институт химической кинетики и горения им. В. В. Воеводского СО РАН
Новосибирск, Россия

¹kozlov@itam.nsc.ru

²litmar@itam.nsc.ru

³litur@itam.nsc.ru

⁴alsetams@gmail.com

⁵shmakov@kinetics.nsc.ru

Аннотация

В работе экспериментально изучаются сценарии диффузионного горения круглой микроструи водорода, истекающей из цилиндрического тонкостенного микросопла диаметром 200 мкм при поджигании вблизи и на расстоянии от среза сопла. Полученные экспериментальные данные сравниваются с ранее полученными, результаты выражены в безразмерных параметрах (через числа Рейнольдса). Установлено, что стабилизация пламени при истечении круглой микроструи водорода связана с нагревом сопла сферической областью пламени, охватывающей его срез. Показан гистерезис процесса диффузионного горения круглых микроструй водорода в зависимости от способа поджигания микроструи (вблизи или вдали от среза сопла) и от изменения скорости истечения (возрастания или уменьшения).

Ключевые слова

круглая микроструя водорода, диффузионное горение, воспламенение, режимы горения

Источник финансирования

Статья поддержана грантом Российского научного фонда № 22-19-00151, <https://rscf.ru/project/22-19-00151/>.

Для цитирования

Козлов В. В., Литвиненко М. В., Литвиненко Ю. А., Тамбовцев А. С., Шмаков А. Г. Исследование режимов диффузионного горения микроструи водорода // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 12–21. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-12-21

Study of the Regimes of Diffusive Combustion of a Hydrogen Microjet

Viktor V. Kozlov¹, Maria V. Litvinenko², Yuriy A. Litvinenko³
Alexander S. Tambovtsev⁴, Andrey G. Shmakov⁵

^{1,2}Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

¹⁻⁵Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russian Federation

⁵Voevodsky Institute of Chemical Kinetics and Combustion SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

¹kozlov@itam.nsc.ru; ²litmar@itam.nsc.ru; ³litur@itam.nsc.ru
⁴alsetams@gmail.com; ⁵shmakov@kinetics.nsc.ru

Abstract

The paper presents the results of experimental studies of scenarios of diffusion combustion of a microjet of hydrogen flowing out of a cylindrical micronozzle with a diameter of 200 μm . The hydrogen microjet is ignited near the nozzle exit and at a distance. The experimental data are compared with the data previously obtained, and the results are expressed in dimensionless parameters (in terms of Reynolds numbers). It is established that the stabilization of flame during the outflow of a circular micro jet of hydrogen is associated with the presence of heating of the nozzle by a spherical flame region covering the nozzle section. The hysteresis of the diffusion combustion process of circular hydrogen microjets is shown depending on the ignition location of the microjet (near or far from the nozzle exit) and the change in the flow rate (growth or decrease).

Keywords

round microjet of hydrogen, diffusion combustion, inflammation, mechanisms of combustion

Funding

This research was supported by the Russian Science Foundation (RSF) project No. 22-19-00151, <https://rscf.ru/22-19-00151/>.

For citation

Kozlov V. V., Litvinenko M. V., Litvinenko Yu. A., Tambovtsev A. S., Shmakov A. G. Study of the Regimes of Diffusive Combustion of a Hydrogen Microjet. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 12–21. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-12-21

Введение

Ламинарно-турбулентный переход в дозвуковых струях изучен достаточно подробно как теоретически, так и экспериментально [1–6]. Профиль распределения скорости на срезе классических сопел конфузторного типа при больших числах Рейнольдса ($Re > 104$) имеет П-образную форму. Ламинарно-турбулентный переход при этом происходит в пределах начального участка струи в слое смешения. В этом случае основная неустойчивость, приводящая к разрушению струи, – неустойчивость Кельвина – Гельмгольца. Присоединение к классическому соплу удлиненного цилиндрического канала приводит к формированию параболического профиля скорости на срезе сопла, формированию ламинарного участка струи большей протяженности (при той же скорости истечения) и смещению переходного участка далее по потоку [5].

Микроструйные течения обладают характерными особенностями. Ввиду объективных сложностей, связанных с экспериментальным исследованием микроструй, а также с трудностью изготовления микросопел с заданными параметрами, они исследованы недостаточно подробно. Дальнобойность микроструй диаметром от 10 до 60 мкм, в несколько раз превышающая дальнобойность макроструй, отмечалась в работе [7]. В работе [8] исследован сценарий турбулизации для струй, истекающих из сопел с диаметрами 200–600 мкм. Несмотря на то, что экспериментальное измерение профиля скорости в течении не представлялось возможным, были проведены эксперименты как с коротким, так и с длинным соплом. В обоих случаях микроструи имели протяженный ламинарный участок, однако стоит отметить, что в случае канала,

формирующего параболический профиль скорости, этот участок был больше, при этом неустойчивости Кельвина – Гельмгольца обнаружено не было.

Экспериментальные исследования диффузионного горения микроструи водорода [9–14] показали наличие различных сценариев для данного процесса в зависимости от скорости истечения газа для сопел диаметром от 250 до 1 000 мкм. Обнаружены следующие сценарии диффузионного горения: 1) ламинарное пламя большой протяженности; 2) возникновение области ламинарного горения сферической формы с наличием в ней ламинарной микроструи вблизи среза сопла и турбулизацией пламени далее по потоку; 3) турбулентное пламя, приподнятое над срезом сопла, при сохранении горения ламинарного участка; 4) прекращение горения турбулентного участка при сохранении горения в ламинарном, причем горение в ламинарном участке сохраняется вплоть до трансзвуковых скоростей истечения газа, однако при наличии эффекта запирания микросопла; 5) прекращение горения микроструи. Запирание сопла происходило при достижении скорости истечения микроструи водорода, близкой к скорости звука в воздухе ($U_0 \approx 331$ м/с). Стабилизация горения как круглой, так и плоской микроструй обеспечивалась горением в ламинарном сферическом участке, охватывающем срез сопла.

Выйти на диффузионное горение микроструи водорода при сверхзвуковом истечении газа и при поджигании микроструи вблизи среза сопла не удавалось из-за запирания сопла. Ламинарный участок сферической формы охватывал срез сопла, что приводило к его нагреву и препятствовало режиму горения с факелом, приподнятым над срезом сопла. Одна из характеристик сверхзвукового струйного течения (наряду с некоторыми другими) – наличие сверхзвуковых ячеек как в струе, так и в пламени. Это детально продемонстрировано в работах [15–18] при воспламенении круглой микроструи водорода вдали от среза сопла.

1. Экспериментальная установка и методы измерения

Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 1. В работе используется металлическая цилиндрическая насадка с внутренним диаметром 200 мкм. Из баллона (1) газ попадет в сопловое устройство (4) через клапан регулятора массового расхода газа (MKS Instruments) (2), обеспечивающие точность $\pm 0,7$ %. Управление объемным расходом газов осуществлялась при помощи блока управления (3). Скорость истечения микроструи определялась по формуле $U = Q/S$, где S – площадь поперечного сечения насадки. Поджигание микроструи производилось как вблизи среза микросопла, так и на расстоянии от него – для реализации режима горения с факелом, приподнятым над срезом сопла. Теневые картины диффузионного горения получены при помощи прибора ИАБ-451 (5), съемка производилась с помощью цифрового фотоаппарата (6). Скорость истечения микроструи определялась по формуле $U_0 = Q/S$, где S – площадь поперечного сечения сопла.

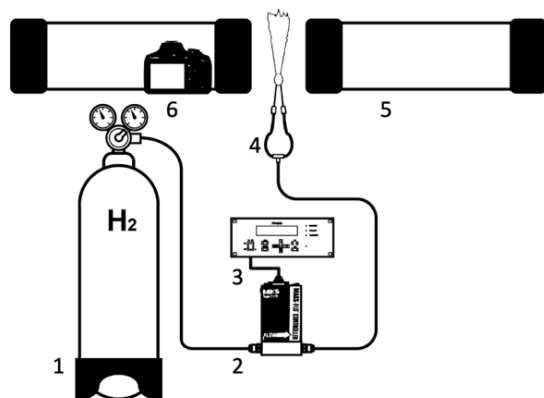


Рис. 1. Экспериментальная установка: 1 – баллон со сжатым водородом 2 – клапан расходомера, 3 – контроллер расходомера, 4 – сопло, 5 – теневой прибор ИАБ-451, 6 – фотоаппарат

Fig. 1. Experimental setup: 1—cylinder with compressed hydrogen, 2—flow meter valve, 3—flow meter controller, 4—nozzle, 5—shadow device IAB-451, 6—camera

1.1. Диффузионное горение круглой микроструи водорода, при воспламенении вблизи среза сопла

Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода в диапазоне расходов $Q = 29,7\text{--}37,3$ см³/сек представлены на рисунке 2. При воспламенении водорода вблизи среза сопла реализуются сценарии, описанные в работах [9–14].

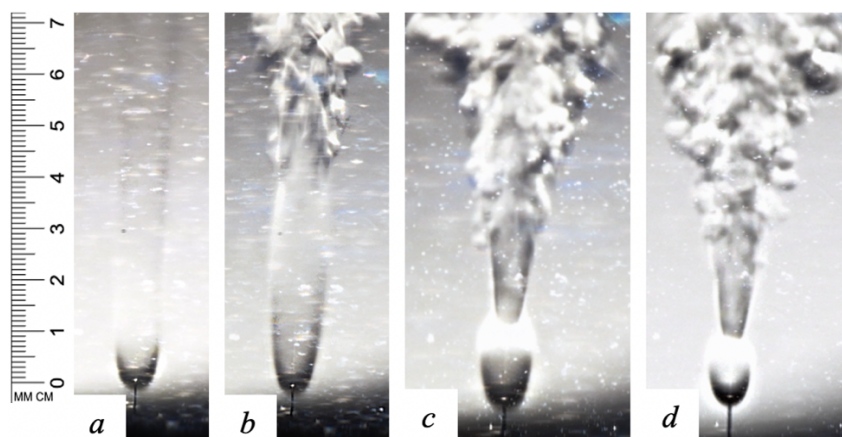


Рис. 2. Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода, при различной скорости истечения микроструи U_0 : а) 305 м/с; б) 913 м/с; в) 1 066 м/с; д) 1 188 м/с

Fig. 2. Shadow images of a hydrogen microjet at different velocities U_0 : а) 305 m/s; б) 913 m/s; в) 1,066 m/s; д) 1,188 m/s

При среднерасходной скорости истечения микроструи $U = 305$ м/с наблюдается ламинарный режим горения, при скорости $U = 913$ м/с начинается турбулизация пламени, при скорости $U = 1\,066$ м/с формируется перетяжка, отделяющая ламинарный участок от турбулентного. Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода в диапазоне расходов $Q = 39,2\text{--}63,1$ см³/с представлены на рисунке 3.

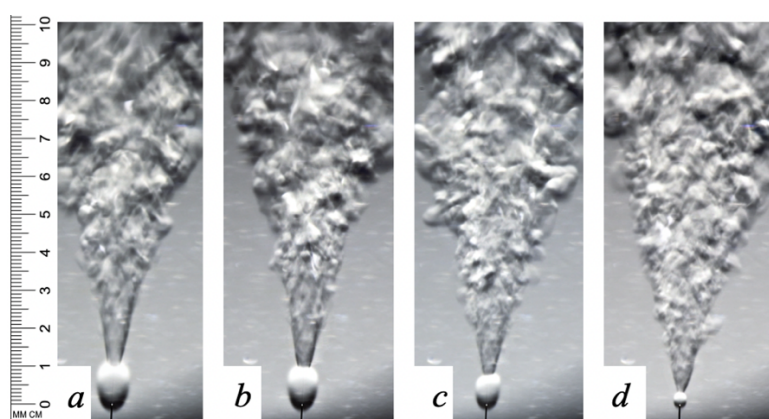


Рис. 3. Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода, при различной скорости истечения микроструи U_0 : а) 1 248 м/с; б) 1 370 м/с; в) 1 706 м/с; д) 2 010 м/с

Fig. 3. Shadow images of a hydrogen microjet at different velocities U_0 : а) 1,248 m/s; б) 1,370 m/s; в) 1,706 m/s; д) 2,010 m/s

При увеличении скорости истечения от $U = 1\,066$ м/с до 2 010 м/с протяженность ламинарного участка пламени уменьшается в пять раз. Срыв турбулентного участка пламени происхо-

дит при скорости истечения микроструи $U = 2\,132$ м/с (рис. 4). На рисунке 4а показан режим, когда горение существует только в ламинарной области микроструи, при уменьшении расхода от $Q = 67$ см³/с до $Q = 65$ см³/с происходит восстановление процесса горения в турбулентной области. При скорости истечения $U = 2\,040$ м/с происходят проскоки пламени и горение в турбулентной области, при снижении скорости до $U = 1\,980$ м/с горение полностью восстанавливается и стабилизируется.

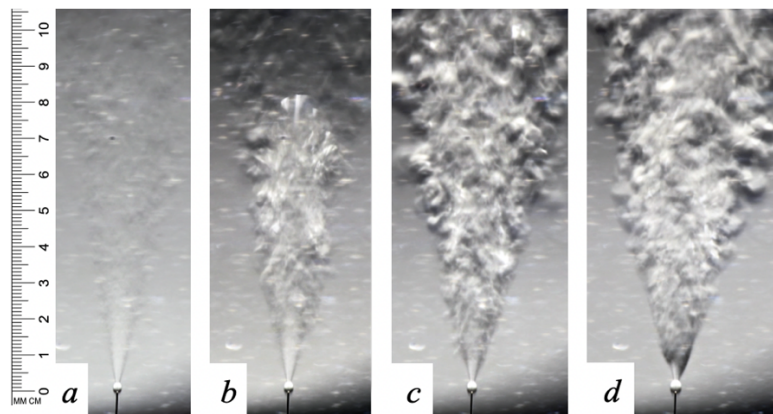


Рис. 4. Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода, при различной скорости истечения микроструи U_0 : а) 2 132 м/с; б) 2 040 м/с; в) 2 040 м/с; д) 2 010 м/с

Fig. 4. Shadow images of a hydrogen microjet at different velocities U_0 : а) 2,132 m/s; б) 2,040 m/s; в) 2,040 m/s; д) 2,010 m/s

1.2. Диффузионное горение круглой микроструи водорода, при воспламенении на расстоянии от среза сопла

На рисунке 5 показаны теневые картины диффузионного горения при воспламенении водорода на расстоянии от среза сопла с реализацией режимов горения с факелом, приподнятым над срезом сопла. Такой режим существовал в диапазоне расходов $Q = 37,3\text{--}32,5$ см³/с, при дальнейшем уменьшении расхода факел становился присоединенным. При скорости истечения выше $U = 1\,188$ м/с происходит срыв пламени.

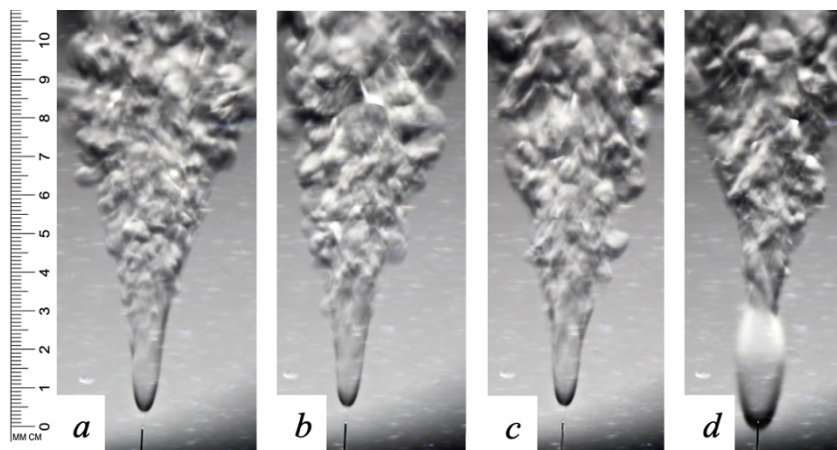


Рис. 5. Теневые картины процесса диффузионного горения микроструи водорода, при различной скорости истечения микроструи U_0 : а) 1 188 м/с; б) 1 096 м/с; в) 1 035 м/с; д) 944 м/с
Fig. 5. Shadow images of a hydrogen microjet at different velocities U_0 : а) 1,188 m/s; б) 1,096 m/s; в) 1,035 m/s; д) 944 m/s

2. Обсуждение

Систематизируя новые и ранее полученные данные для микроструй с $d = 200, 500, 1\,000$ мкм [9–18], можно связать сценарии диффузионного горения микроструи водорода с безразмерными числами Рейнольдса.

Сценарии диффузионного горения микроструй водорода истекающих из различных микросопел в привязке к безразмерным числам Рейнольдса

Scenarios of Diffusion Combustion of Hydrogen Microjets Flowing from Various Micronozzles in Relation to Reynolds Numbers

Описание сценария	d , мкм	Re
Ламинарное горение	200	До 1 863
	500	До 1 301
	1 000	До 2 337
Двухзонная структура пламени	200	2 424–4 103
	500	1 561–3 123
	1 000	2 602–4 163
Срыв пламени на турбулентном участке	200	4 150
	500	3 903
Горение с факелом, приподнятым над срезом сопла	200	2 112–2 425
	500	1 950–2 342
Переход от приподнятого факела к присоединенному факелу	200	1 927

Из таблицы видно, что сценарии диффузионного горения аналогичны для микроструй диаметром 200–500 мкм, реализация сценариев происходит при схожих безразмерных числах Рейнольдса.

Сценарии диффузионного горения микроструи водорода в зависимости от скорости истечения

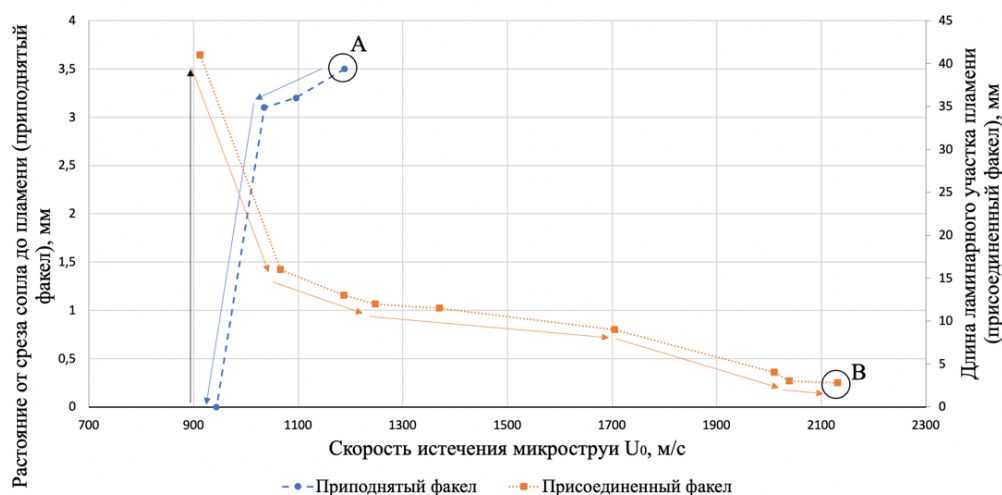


Рис. 6. Процесс перехода от одного сценария горения к другому. Стрелками указана последовательность смены сценариев при изменении скорости истечения

Fig. 6. The process of transition from one combustion scenario to another. The arrows indicate the sequence of changing scenarios with a change in the velocity of the microjet

Стоит отметить еще одну важную особенность перехода от одного сценария горения к другому при воспламенении вблизи и на расстоянии от среза сопла. Наблюдается гистерезис зависимости скорости и существования горения. На рисунке 6 показано, как происходит переход между сценариями диффузионного горения при изменении скорости истечения микроструи.

В начальной точке *A* наиболее высокая скорость, при которой поддерживается горение с приподнятым факелом без срыва пламени. Далее она постепенно уменьшается (на графике отложено изменение расстояния от среза сопла до факела), и при скорости около 950 м/с факел становится присоединенным, после этого скорость истечения увеличивается (на графике отложено изменение протяженности ламинарного участка пламени). В точке *B* наиболее высокая скорость, при которой поддерживается горение в ламинарном участке пламени.

Диапазон скоростей, при которых существует горение с приподнятым над срезом сопла пламенем существенно уже, чем диапазон скоростей, при которых существует горение с присоединенным пламенем.

Гистерезис зависимости процесса развития пламени круглой микроструи водорода в зависимости от скорости ее истечения и способа воспламенения (вблизи / на расстоянии от среза сопла), диапазон скорости исчезновения перетяжки пламени и начало отрыва пламени и диапазон скорости прекращения отрыва пламени и появления перетяжки пламени обсуждались в работе [18].

Заключение

Представлены сценарии диффузионного горения круглых микроструй водорода при поджигании вблизи и на расстоянии от среза сопла для металлического цилиндрического сопла диаметром 200 мкм. Полученные экспериментальные данные сравнивались с ранее полученными, результаты выражены в безразмерных параметрах (через числа Рейнольдса).

Установлено, что стабилизация пламени при истечении круглой микроструи водорода связана с нагревом сопла сферической областью пламени, охватывающей его срез.

Показан гистерезис процесса диффузионного горения круглых микроструй водорода в зависимости от места воспламенения микроструи (вблизи или вдали от среза сопла) и от изменения скорости истечения (роста или уменьшения).

Список литературы

1. **Абрамович Г. Н.** Турбулентное смешение газовых струй. М.: Наука, 1974. 272 с.
2. **Но С. М., Huerre P.** Perturbed free shear layers // *Ann. Rev. Fluid Mech.* 1984. Vol. 16. Pp. 356–424.
3. **Michalke A.** Survey on jet instability theory // *Prog. Aerosp. Sci.* 1984. Vol. 21, no. 3. Pp. 159–199.
4. **Гиневский А. С., Власов Е. В., Каравосов Р. К.** Акустическое управление турбулентными струями. М.: Физматлит, 2001. 240 с.
5. **Козлов Г. В., Грек Г. Р., Сорокин А. М., Литвиненко Ю. А.** Влияние начальных условий на срезе сопла на структуру круглой струи // *Теплофизика и аэромеханика.* 2008. Т. 15, № 1. С. 59–73.
6. **Ball C. G., Fellouah H., Pollard A.** The flow field in turbulent round free jets // *Prog. Aerosp. Sci.* 2012. Vol. 50. Pp. 1–26. doi: 10.1016/j.paerosci.2011.10.002
7. **Рудяк В. Я., Анискин В. М., Кузнецов В. В., Маслов А. А., Минаков А. В., Миронов С. Г.** Газодинамическая структура и устойчивость газовых микроструй // *Моделирование микро- и нанотечений.* 2014. С. 94–114.
8. **Литвиненко Ю. А., Грек Г. Р., Козлов В. В., Козлов Г. В.** Дозвуковая круглая и плоская макро- и микроструи в поперечном акустическом поле // *ДАН.* 2011. Т. 436, № 1. С. 1–7.

9. Литвиненко Ю. А., Грек Г. Р., Козлов В. В., Коробейничев О. П., Шмаков А. Г. Структура присоединенного диффузионного пламени микроструи водорода, истекающей из щелевого сопла // Вестник НГУ. Физика. 2015. Т. 10, № 2. С. 52–66.
10. Шмаков А. Г., Грек Г. Р., Козлов В. В., Коробейничев О. П., Литвиненко Ю. А. Различные режимы диффузионного горения круглой струи водорода в воздухе // Вестник НГУ. Серия: Физика. 2015. Т. 10, № 2. С. 27–41.
11. Kozlov V. V., Grek G. R., Korobeinichev O. P., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G. Combustion of a high-velocity hydrogen microjet effluxing in air // *Doklady Physics*. 2016. Vol. 61, iss. 9. Pp. 457–462.
12. Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov V. V., Litvinenko Yu. A. Influence of initial and boundary conditions at the nozzle exit upon diffusion combustion of a hydrogen microjet // *Intern. J. Hydrogen Energy*. 2017. Vol. 42, iss. 24. Pp. 15913–15924.
13. Козлов В. В., Грек Г. Р., Козлов Г. В., Литвиненко Ю. А., Шмаков А. Г. Экспериментальное исследование диффузионного горения круглой микроструи водорода при ее зажигании вдали от среза сопла // Сибирский физический журнал. 2017. Т. 12, № 3. С. 62–73.
14. Kozlov V. V., Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov G. V., Litvinenko Y. A. Micronozzle chocking under diffusion combustion of hydrogen // *Doklady Physics*. 2018. Vol. 63, no. 5. Pp. 193–198. doi: 10.1134/S1028335818050026
15. Шмаков А. Г., Грек Г. Р., Козлов В. В., Козлов Г. В., Литвиненко Ю. А. Экспериментальное исследование диффузионного горения высокоскоростной круглой микроструи водорода. Часть 1. Присоединенное пламя, дозвуковое течение // Сибирский физический журнал. 2017. Т. 12, № 2. С. 28–45.
16. Козлов В. В., Грек Г. Р., Литвиненко Ю. А., Шмаков А. Г., Вихорев В. В. Диффузионное горение круглой микроструи водорода при до- и сверхзвуковой скорости истечения из сопла // Сибирский физический журнал. 2018. Т. 13, № 2. С. 37–52.
17. Kozlov V. V., Grek G. R., Kozlov G. V., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G. Experimental study on diffusion combustion of high-speed hydrogen round microjets // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2019. Vol. 44, iss. 1. Pp. 457–468.
18. Litvinenko Y. A., Grek G. R., Kozlov V. V., Litvinenko M. V., Shmakov A. G. Diffusion combustion of a round hydrogen microjet at sub- and supersonic jet velocity // *Doklady Physics*. 2020. Vol. 65, no. 9. Pp. 312–316. doi: 10.1134/S1028335820090074

References

1. Abramovich G. N. Turbulent Mixing of Gas Jets. Moscow, 1974. (in Russ.)
2. Ho C. M., Huerre P. Perturbed free shear layers. *Ann. Rev. Fluid Mech.*, 1984, vol. 16, pp. 356–424.
3. Michalke A. Survey on jet instability theory. *Prog. Aerosp. Sci.*, 1984, vol. 21, no. 3, pp. 159–199. doi: 10.1016/0376-0421(84)90005-8
4. Ginevskii A. S., Vlasov E. V., Karavosov R. K. Acoustic Control of Turbulent Jets. Moscow, 2001. (in Russ.)
5. Kozlov G. V., Grek G. R., Sorokin A. M., Litvinenko Yu. A. Influence of initial conditions at the nozzle exit on the structure of a round jet. *Thermophysics and Aeromechanics*, 2008, vol. 15, no 1, pp. 59–73. (in Russ.)
6. Ball C. G., Fellouah H., Pollard A. The flow field in turbulent round free jets. *Prog. Aerosp. Sci.*, 2012, vol. 50, pp. 1–26. doi: 10.1016/j.paerosci.2011.10.002
7. Rudyak V. Ya., Aniskin V. M., Kuznetsov V. V., Maslov A. A., Minakov A. V., Mironov S. G. Gas-dynamic structure and stability of gas microjets. Modeling of micro- and nanoflows. Novosibirsk, 2014. Pp. 94–114. (in Russ.)

8. Litvinenko Yu. A., Grek G. R., Kozlov V. V., Kozlov G. V. Subsonic round and flat macro- and microjets in a transverse acoustic field. *Doklady Physics*, 2011, vol. 436, no 1, pp. 1–7. (in Russ.)
9. Litvinenko Yu. A., Grek G. R., Kozlov V. V., Korobeinichev O. P., Shmakov A. G. The structure of the attached diffusion flame of a hydrogen microjet flowing from a slotted nozzle. *Vestnik NSU. Series: Physics*, 2015, vol. 10, no. 2, pp. 52–66. (in Russ.)
10. Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov V. V., Korobeinichev O. P., Litvinenko Yu. A. Different Conditions of the Round Hydrogen Jets Diffusion Combustion in Air. *Vestnik NSU. Series: Physics*, 2015, vol. 10, no. 2, pp. 27–41. (in Russ.)
11. Kozlov V. V., Grek G. R., Korobeinichev O. P., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G. Combustion of a high-velocity hydrogen microjet effluxing in air. *Doklady Physics*, 2016, vol. 61, iss. 9, pp. 457–462.
12. Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov V. V., Litvinenko Yu. A. Influence of initial and boundary conditions at the nozzle exit upon diffusion combustion of a hydrogen microjet. *Intern. J. Hydrogen Energy*, 2017, vol. 42, iss. 24, pp. 15913–15924.
13. Kozlov V. V., Grek G. R., Kozlov G. V., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G. Experimental study of diffusion combustion of a round hydrogen microjet when it is ignited far from the nozzle exit. *Siberian Journal of Physics*, 2017, vol. 12, no. 3, pp. 62–73. (in Russian)
14. Kozlov V. V., Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov G. V., Litvinenko Y. A. Micronozzle chocking under diffusion combustion of hydrogen. *Doklady Physics*, 2018, vol. 63, no. 5, pp. 193–198. doi: 10.1134/S1028335818050026
15. Shmakov A. G., Grek G. R., Kozlov V. V., Kozlov G. V., Litvinenko Yu. A. Experimental Study of the Diffusion Combustion of a High-Speed Round Hydrogen Microjet. Part 1. Attached Flame, Subsonic Flow. *Siberian Journal of Physics*, 2017, vol. 12, no. 2, pp. 28–45. (in Russ.)
16. Kozlov V. V., Grek G. R., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G., Vikhorev V. V. Diffusion Combustion of Hydrogen Round Microjet at Sub- and Supersonic Velocity Efflux from Nozzle. *Siberian Journal of Physics*, 2018, vol. 13, no. 2, p. 37–52. (in Russ.)
17. Kozlov V. V., Grek G. R., Kozlov G. V., Litvinenko Yu. A., Shmakov A. G. Experimental study on diffusion combustion of high-speed hydrogen round microjets. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2019, vol. 44, iss. 1, pp. 457–468.
18. Litvinenko Y. A., Grek G. R., Kozlov V. V., Litvinenko M. V., Shmakov A. G. Diffusion combustion of a round hydrogen microjet at sub- and supersonic jet velocity. *Doklady Physics*, 2020, vol. 65, no. 9, pp. 312–316. doi: 10.1134/S1028335820090074

Информация об авторах

- Козлов Виктор Владимирович**, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН (ул. Институтская, 4/1, Новосибирск, 630090, Россия); профессор, Новосибирский государственный университет (ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия)
- Литвиненко Мария Викторовна**, кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН (ул. Институтская, 4/1, Новосибирск, 630090, Россия); ученый секретарь физического факультета, Новосибирский государственный университет (ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия)
- Литвиненко Юрий Алексеевич**, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН (ул. Институтская, 4/1, Новосибирск, 630090, Россия)
- Тамбовцев Александр Сергеевич**, младший научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН (ул. Институтская, 4/1, Новосибирск, 630090, Россия)

Шмаков Андрей Геннадиевич, доктор химических наук, старший научный сотрудник, Институт химической кинетики и горения им. В. В. Воеводского СО РАН (ул. Институтская, 3, Новосибирск, 630090, Россия)

Information about the Authors

Viktor V. Kozlov, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Principal Researcher, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS (4/1 Institutskaya Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation); Professor, Novosibirsk State University (2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

Maria V. Litvinenko, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Senior Researcher, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS (4/1 Institutskaya Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation); Scientific Secretary Faculty of Physics, Novosibirsk State University (2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation) litmar@itam.nsc.ru

Yuriy A. Litvinenko, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Senior Scientist, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS (4/1 Institutskaya Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

Alexander S. Tambovtsev, Junior Scientist, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS (4/1 Institutskaya Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

Andrey G. Shmakov, Doctor of Science (Chemistry), Senior Scientist, Voevodsky Institute of Chemical Kinetics and Combustion SB RAS (3 Institutskaya Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation); Assistant Professor, Siberian State University of Geosystem and Technology (10 Plakhotny Str., Novosibirsk, 630108, Russian Federation)

*Статья поступила в редакцию 15.07.2022; одобрена после рецензирования 22.07.2022;
принята к публикации 22.07.2022*

*The article was submitted 15.07.2022; approved after reviewing 22.07.2022;
accepted for publication 22.07.2022*

Научная статья
УДК 534.1, 533.6.07
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-22-28

Применение акселерометров при измерении аэродинамических сил в установках кратковременного действия

**Анатолий Александрович Маслов¹, Алексей Валентинович Старов²
Иван Сергеевич Цырюльников³**

Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН,
Новосибирск, Россия

¹maslov@itam.nsc.ru

²starov@itam.nsc.ru

³tsivan@itam.nsc.ru

Аннотация

Развиты методы восстановления аэродинамических сил, основанные на использовании данных измерений весовыми элементами и акселерометром. Разработан метод обработки сигналов, позволяющий провести коррекцию данных измерений весовых элементов с помощью дополнительных данных по ускорению элементов опоры. Приведены примеры применения предложенного метода в условиях аэродинамической трубы импульсного действия в экспериментах на массивных моделях, как с постоянными, так и падающими во время испытания параметрами потока. Показано увеличение точности измерений однокомпонентных силоизмерительных датчиков.

Ключевые слова

акселерометр, весовой элемент, аэродинамические силы, колебания, аэродинамический эксперимент, импульсное изменение параметров течения.

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания (№ гос. регистрации 121030500162-7). Авторы благодарны Центру коллективного пользования «Механика» за предоставленное оборудование для проведения экспериментов.

Для цитирования

Маслов А. А., Старов А. В., Цырюльников И. С. Применение акселерометров при измерении аэродинамических сил в установках кратковременного действия // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 22–28. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-22-28

Application of Accelerometers for Measuring Aerodynamic Forces in Short-Term Facilities

**Anatoly A. Maslov¹, Alexey V. Starov²,
Ivan S. Tsyruльников³**

Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
Novosibirsk, Russia

¹maslov@itam.nsc.ru

²starov@itam.nsc.ru

³tsivan@itam.nsc.ru

Abstract

Methods for restoring aerodynamic forces based on the use of measurement data by balance elements and an accelerometer have been expanded. A signal processing method has been developed that makes it possible to correct the measurement data of balance elements using additional data on the acceleration of support elements. Examples of the application of the proposed method under the conditions of a pulsed wind tunnel in experiments on massive models,

© Маслов А. А., Старов А. В., Цырюльников И. С., 2022

both with constant and decreasing flow parameters during the test, are given. An increase in the measurement accuracy of single-component force-measuring sensors is shown.

Keywords

accelerometer, balance element, aerodynamic forces, oscillations, aerodynamic experiment, impulsive change in flow parameters

Funding

The research was carried out within the state assignment of Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (project No 121030500162-7). The study was conducted at the Equipment Sharing Center «Mechanics» of ITAM SB RAS.

For citation

Maslov A. A., Starov A. V., Tsyryulnikov I. S. Application of Accelerometers for Measuring Aerodynamic Forces in Short-Term Facilities. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 22–28. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-22-28

Введение

Акселерометры широко используются в различных областях деятельности человека. Они нашли применение в быту, спорте, системах управления, в транспорте и в научных исследованиях. В аэродинамике акселерометры используют для измерения углов тангажа и крена [1], для измерения сил [2–5], в аэроакустических и вибрационных испытаниях [6]. Акселерометром измеряют как статические, так и динамические ускорения, что позволяет использовать их в качестве датчиков в установках кратковременного действия, таких как импульсные аэродинамические трубы (АДТ) [7].

Испытания в АДТ кратковременного действия играют важную роль при создании высокоскоростных летательных аппаратов. Одной из основных задач наземных испытаний является определение аэродинамических характеристик прототипов летательных аппаратов. Серьезную проблему при испытаниях в импульсных АДТ представляет влияние вибрации опоры на измерения силовых нагрузок аэродинамических моделей. Вибрационные нагрузки возникают при резком изменении силового баланса АДТ при импульсном энергоподводе к рабочему телу и при движении механических элементов установки, таких как мультипликаторы давления. Разрабатываются различные методы учета вибрационных нагрузок, основанные на дополнительных измерениях сил и применении методов выделения скрытых пульсационных составляющих [2].

В настоящей работе предложен метод восстановления аэродинамических сил в потоке импульсных АДТ, основанный на коррекции данных измерений весовых элементов с помощью дополнительных данных по ускорению элементов опоры. Такая информация может быть получена с использованием акселерометров, а коррекция производится согласно специально разработанным методам обработки сигналов.

В экспериментах использовались различные тяжелые (до нескольких десятков килограммов) модели, анализ аэродинамических характеристик которых в данную работу не входит. Основная цель работы – определить возможности учета вибрационной составляющей опоры самой установки в измерениях независимо от того, какая модель исследуется.

1. Обработка сигналов

Принцип восстановления компоненты аэродинамической силы заключается в том, что влияние колебаний пилон жесткого крепления модели на показания силоизмерительного датчика можно исключить. Для этого определяются компоненты ускорений силы инерции, действующие на пилон. Далее сила инерции исключается из суммарной измеренной силы, что приводит к выделению компоненты аэродинамической силы модели. В общем случае многокомпонентные аэродинамические пилонные весы имеют сложную конструкцию с большим количеством связей между внутренними тензометрическими элементами, что не позволяет проводить вышеописанную компенсацию сил инерции в полном объеме. Исключение составляет выделение

компоненты сил со слабой связью (влиянием) других компонент либо же применение однокомпонентных силоизмерительных датчиков.

Рассмотрим однокомпонентный силоизмерительный датчик, определяющий силу, направленную вдоль координаты x . Пусть $F_x^*(t)$ – зависящее от времени показание измеренного сигнала, а $a_x^*(t)$ – измеренные компоненты ускорения. Компонента аэродинамической силы $F_x(t)$ определяется из связи между преобразованиями Фурье $F_{x_v}(v) = F_x^*(v) - a_x^*(v)K_v(v)$ с комплексным коэффициентом $K_v(v)$, учитывающим массу пилон, расположение и передаточные характеристики преобразователя ускорения и фактически являющимся некоторой приведенной массой. Значения компоненты аэродинамической силы восстанавливаются обратным Фурье преобразованием $F_x(t) = f^{-1}[F_{x_v}(v)]$. Коэффициент $K_v(v)$ может быть найден из предварительной тарировки системы в отсутствие аэродинамической силы, но с наличием колебаний пилон, например, на основе предварительных ударных нагрузок опоры.

2. Экспериментальное оборудование

Для измерения величины продольной компоненты силы использовался датчик растяжения/сжатия силоизмерительный U3 со встроенным компенсатором боковых сил с номинальным диапазоном нагрузок 0,5 кН и классом точности 0,2. Датчик помещался в шарнирный элемент пилон (рис. 1), на опорную часть которого устанавливался миниатюрный полнофункциональный трехосевой акселерометр. Использовалось устройство типа ADXL326 с выходными сигналами в виде напряжения и схемами аналогового преобразования сигналов. Диапазон полной шкалы измерения составляет ± 16 г. Акселерометр способен измерять динамическое ускорение, вызванное движением, ударами или вибрацией. Ширина полосы акселерометра может выбираться в диапазоне от 0,5 Гц до 1 600 Гц. Информация с датчиков оцифровывалась и записывалась с помощью АЦП L-Card L-791.

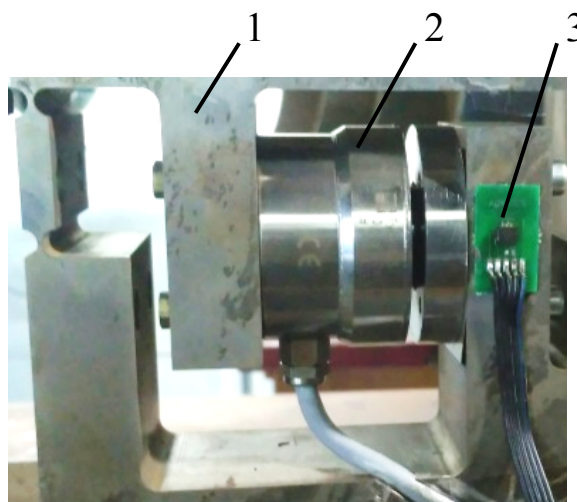


Рис. 1. Силоизмерительный датчик в системе пилон модели с установленным на пилоне акселерометром. 1 – пилон модели, 2 – однокомпонентный силоизмерительный элемент, 3 – акселерометр

Fig. 1. Force-measuring sensor in the pylon system of a model with an accelerometer mounted on the pylon. 1—model pylon, 2—one-component force measuring element, 3—accelerometer

3. Результаты восстановления аэродинамических сил

Тарировка системы. Для предварительной тарировки проводилась процедура многократного ($\sim 10^2$) ударного воздействия на плиту крепления пилонa модели к АДТ без воздействия на подвижные части пилонa и модель. F_x полагалась нулевой, что позволило вычислить осредненные спектральные значения коэффициента $K_v(v)$. На рисунках 2a и 2b показан пример применения коррекции сигнала силоизмерительного датчика (кривая 1) в ударной нагрузке опоры без воздействия на модель, в которых скорректированный сигнал акселерометра (кривая 2) формирует восстановленный сигнал (кривая 3), практически исключающий паразитные колебания. На рисунках 2c и 2d показан пример применения коррекции сигнала силоизмерительного датчика (кривая 1) в импульсной нагрузке на модель, которая осуществлялась соударением металлического шарика на независимом подвесе. В этом случае результат восстановления (кривая 3) демонстрирует кратковременное силовое нагружение на модель, а возникающие паразитные колебания пилонa практически обнуляются. Полуширина полученного импульса составила $3 \cdot 10^{-3}$ с, этого достаточно для исследования силовых нагрузок в процессах с временами порядка 10^{-1} с.

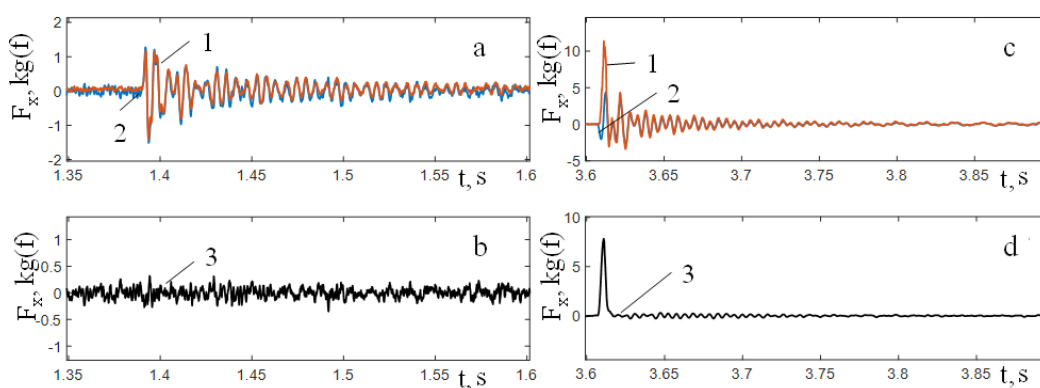


Рис. 2. Примеры применения коррекции сигнала в ударной нагрузке опоры (a, b) и импульсной нагрузке на модель (c, d). 1 – сигнал силоизмерительного датчика, 2 – скорректированный сигнал акселерометра, 3 – восстановленный сигнал

Fig. 2. Examples of applying signal correction in the shock load of the support (a, b) and the impulse load on the model (c, d). 1—signal of force measuring element, 2—corrected accelerometer signal, 3—recovered signal

Восстановление аэродинамической силы в эксперименте. Апробация метода проводилась в потоке в импульсной высокоэнтальпийной установке [7], где подвод энергии к рабочему телу осуществлялся с помощью высоковольтного электрического разряда в толстостенной форкамере. В результате в зависимости от начального давления и подведенной электрической энергии давление и температура воздуха значительно возрастают. Диафрагма, отделяющая аэродинамический тракт АДТ, разрывается, и устанавливается воздушный поток. Время рабочего режима варьируется от 0,05 до 0,5 с. Модель устанавливается в рабочую часть, которая выполнена в виде камеры Эйфеля размером $1 \times 1 \times 1,5$ м.

Установка имеет два рабочих режима: с падающими или с постоянными параметрами течения в рабочей части. Стабилизация (поддержка постоянными) параметров потока в рабочей части установки осуществляется с помощью двухступенчатого мультипликатора давления. В таком режиме работы АДТ происходит движение массивного поршня, сжимающего газ в форкамере. Это приводит к слабому изменению параметров потока, но вызывает дополнительные вибрационные нагрузки на раму АДТ, что отражается на амплитуде колебаний в сигнале датчика, измеряющего действующие на исследуемую модель силы.

В процессе эксперимента проводились следующие измерения: давление за прямым скачком на срезе сопла с помощью гребенки трубок Пито, давление в форкамерах и температура торможения. Исследования, представленные ниже, проведены при следующих параметрах потока: давление торможения $P_0 = 280$ бар, температура торможения $T_0 = 1\,300$ К, единичное число Рейнольдса $Re_1 = 22 \cdot 10^6 \text{ м}^{-1}$.

Эксперименты проведены для двух вышеуказанных режимов работы АДТ. В первом случае запуск установки осуществлялся в режиме с падающими параметрами, когда импульс потока и, соответственно, F_x уменьшается за время работы в этом режиме. На рисунках 3а и 3б показан пример такого эксперимента. Запуск установки произведен при $t = 1,035$ с. Сигнал силоизмерительного датчика (кривая 1) демонстрирует значительные вариации на всем времени режима до $t = 1,1$ с. Скорректированный сигнал акселерометра (кривая 2) воспроизводит эти колебания, но лежит ниже силового на осциллограмме. Восстановленный сигнал (кривая 3) с дополнительной фильтрацией высоких частот имеет относительно гладкую убывающую зависимость по времени. Амплитуда вариаций в восстановленном сигнале приблизительно в 20 раз меньше, чем в исходном. Увеличение сигнала для $t > 1,095$ с связано с завершением режима работы АДТ и разрушением течения воздушного потока.

На рисунках 3с и 3д показан пример применения коррекции сигнала силоизмерительного датчика (кривая 1) в режиме работы АДТ с мультипликатором давления со слабо меняющимися параметрами набегающего на модель потока. Движение массивного поршня установки приводит к появлению дополнительных вибрационных нагрузок на раму АДТ, что отражается на амплитуде колебаний в сигнале датчика. Однако результат корректировки (кривая 3) практически исключает их влияние, демонстрируя ослабление амплитуды колебаний в 20–30 раз. Увеличение сигнала для $t > 1,12$ с связано с завершением режима работы АДТ.

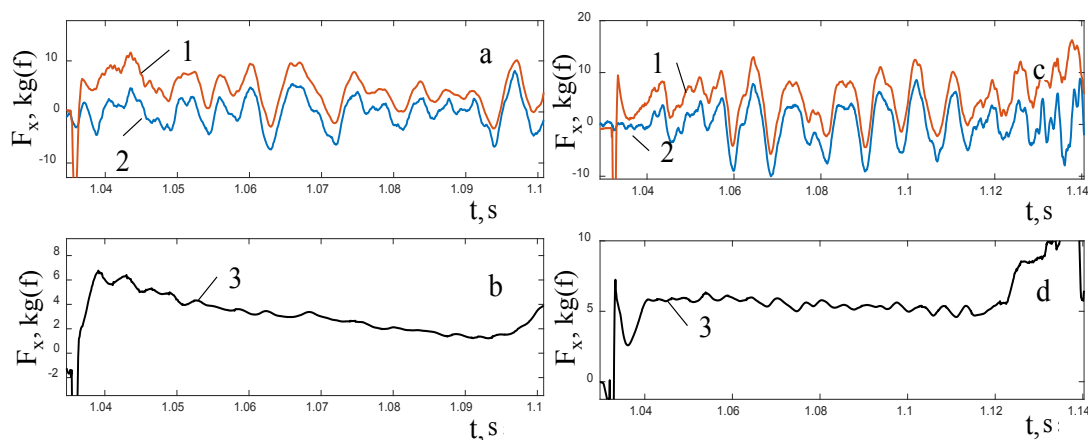


Рис. 3. Результаты восстановления продольной аэродинамической силы на модели в экспериментах с падающими параметрами потока (а, б) и мультипликатором давления (с, д). 1 – сигнал силоизмерительного датчика, 2 – скорректированный сигнал акселерометра, 3 – восстановленный сигнал

Fig. 3. The results of the reconstruction of the longitudinal aerodynamic force on the model in experiments with falling flow parameters (a, b) and a pressure multiplier (c, d). 1—signal of force measuring element, 2—corrected accelerometer signal, 3—recovered signal

Анализ представленных на рисунке 3 результатов показывает, что без учета коррекции сигнала силоизмерительного элемента провести определение сил, действующих на модель в данном примере, было бы невозможно. Пульсации сигналов, связанные с колебаниями пиллона, для исследуемой модели настолько велики, что они в основном и определяют величину сигнала силоизмерительного элемента.

Заключение

В работе показана возможность существенного увеличения точности измерений аэродинамических сил моделей при испытаниях в установках кратковременного действия с учетом характерных нестационарных нагрузок. Увеличение точности измерений однокомпонентных силоизмерительных датчиков было достигнуто с помощью дополнительных акселерометров и применения улучшенных методов обработки сигналов.

Акселерометр крепится на пилоне силоизмерительного элемента. Из его показаний, полученных без воздействия потока при тарировочных ударных нагрузках на плиту крепления, определяют комплексные корректирующие коэффициенты. Коэффициенты получают с помощью преобразований Фурье, они учитывают массу опоры, расположение и передаточные характеристики преобразователя ускорения. Полученные коэффициенты используются для вычитания паразитной силы из измерений силового элемента, полученных в процессе экспериментов с аэродинамической моделью.

Возможность исключения паразитных сил, вызванных вибрациями опоры, продемонстрирована в стендовых и аэродинамических экспериментах. Последние дали хорошие результаты как при постоянных параметрах течения во время измерения, так и при падающих во время пуска значениях давления и температуры в рабочей части трубы.

Список литературы

1. Горбачев Н. А., Горбушин А. Р., Крапивина Е. А., Судакова И. А. Применение акселерометров для измерения углов тангажа и крена в аэродинамическом эксперименте // Измерительная техника. 2012. № 8. С. 25–28.
2. Carbonato M. Aerodynamic Force Measurements in the VKI Longshot Hypersonic Facility // New Trends in Instrumentation for Hypersonic Research. 1993. P. 317–325.
3. Saravanan S., Jagadeesh G., Reddy K. P. J. Aerodynamic Force Measurement Using 3-Component Accelerometer Force Balance System in a Hypersonic Shock Tunnel // Shock Waves. 2009. Vol. 18. P. 425–435.
4. Kulkarni V., Reddy K. P. J. Accelerometer-Based Force Balance for High Enthalpy Facilities // Journal of Aerospace Engineering. 2010. Vol. 23, iss. 4.
5. Balakalyani G., Jagadeesh G. An accelerometer balance for aerodynamic force measurements over Hypervelocity Ballistic models in shock tunnel // Measurement. 2019. Vol. 136. P. 636–646.
6. Копьев В. Ф., Храмцов И. В., Пальчиковский В. В. Исследование частоты пика в шуме турбулентного вихревого кольца // Акустический журнал. Атмосферная аэроакустика, 2019, Т. 65, № 3. С. 353–361.
7. Fomin V. M., Kharitonov A. M., Maslov A. A., Shiplyuk A. N., Shumskii V. V., Yaroslavtsev M. I., Zvegintsev V. I. Hypersonic Short-Duration Facilities for Aerodynamic Research at ITAM, Russia // Experimental methods of shock wave research. Shock Wave Science and Technology Reference Library book series. 2015. Vol. 9. P. 315–346.

Refetences

1. Gorbachev N. A., Gorbushin A. R., Krapivina E. A., Sudakova I. A. Application of accelerometers for measuring pitch and roll angles in an aerodynamic experiment. *Izmeritelnaia tekhnika*, 2012, no. 8, pp. 25–28. (in Russ.)
2. Carbonato M. Aerodynamic Force Measurements in the VKI Longshot Hypersonic Facility. New Trends in Instrumentation for Hypersonic Research, 1993, pp. 317–325.
3. Saravanan S., Jagadeesh G., Reddy K, pp. J. Aerodynamic Force Measurement Using 3-Component Accelerometer Force Balance System in a Hypersonic Shock Tunnel. *Shock Waves*, 2009, vol. 18, pp. 425–435.

4. **Kulkarni V., Reddy K. P. J.** Accelerometer-Based Force Balance for High Enthalpy Facilities. *Journal of Aerospace Engineering*, 2010, vol. 23, iss. 4.
5. **Balakalyani G., Jagadeesh G.** An accelerometer balance for aerodynamic force measurements over Hypervelocity Ballistic models in shock tunnel. *Measurement*, 2019, vol. 136, pp. 636–646.
6. **Kopiev V. F., Khramtsov I. V., Palchikovskiy V. V.** Investigation of the peak frequency in the noise of a turbulent vortex ring. *Akusticheskii jurnal. Atmosfernaia aeroakustika*, 2019, vol. 65, no. 3, pp. 353–361. (in Russ.)
7. **Fomin V. M., Kharitonov A. M., Maslov A. A., Shiplyuk A. N., Shumskii V. V., Yaroslavtsev M. I., Zvegintsev V. I.** Hypersonic Short-Duration Facilities for Aerodynamic Research at ITAM, Russia. Experimental methods of shock wave research. *Shock Wave Science and Technology Reference Library book series*, 2015, vol.9, pp. 315–346.

Информация об авторах

- Маслов Анатолий Александрович**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, лаборатория № 13 Института теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск
- Старов Алексей Валентинович**, кандидат технических наук, научный сотрудник, лаборатория № 13 Института теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск
- Цырюльников Иван Сергеевич**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, лаборатория № 13 Института теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск

Information about the Authors

- Maslov Anatoliy Aleksandrovich**, PhD, Professor, Chief Researcher, Lab 13 of Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
- Starov Aleksei Valentinovich**, PhD, Researcher, Lab 13 of Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
- Tsyruльников Ivan Sergeevich**, PhD, Senior Researcher, Lab 13 of Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS

*Статья поступила в редакцию 06.07.2022; одобрена после рецензирования 13.07.2022;
принята к публикации 13.07.2022*

*The article was submitted 06.07.2022; approved after reviewing 13.07.2022;
accepted for publication 13.07.2022*

Научная статья

УДК 66.092-977;54.057

DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-29-46

Синтез углеродных наночастиц в реакторе сжатия в атмосфере буферных газов

Борис Семенович Ездin¹, Сергей Александрович Васильев²
Дмитрий Анатольевич Яценко³, Владимир Ефимович Федоров⁴
Мария Николаевна Иванова⁵, Валерий Владимирович Каляда⁶
Юрий Вавилович Пахаруков⁷, Фарид Канафеевич Шабиев⁸
Александр Евгеньевич Зарвин⁹

^{1-3,6,9}Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

^{7,8}Тюменский государственный университет
Тюмень, Россия

³Институт катализа СО РАН
Новосибирск, Россия

^{4,5}Институт неорганической химии СО РАН
Новосибирск, Россия

⁶daf2@mail.ru

Аннотация

В работе исследованы физико-химические аспекты газозафазного синтеза нанопорошков в циклическом реакторе при сжатии прекурсоров (метан, этилен, ацетилен) в условиях, близких к адиабатическим, в атмосфере буферных одноатомных газов (аргон, гелий, неон). Изучено влияние давления в реакторе и объемного соотношения прекурсор / буферный газ на состав, морфологию и структуру углеродсодержащих частиц, являющихся продуктами пиролиза. Установлено, что полное разложение наблюдается для всех прекурсоров, но при разных условиях. Тепловое разложение метана, имеющего минимальную энтальпию образования, наблюдалось в атмосфере аргона 97,5 % при пиковом давлении более 10 МПа. Обнаружено, что в атмосфере гелия возможности термической релаксации в условиях быстрых реакций (< 50 мс) существенно ограничены: удалось разложить только ацетилен, имеющий максимальную энтальпию образования. Полученные твердые продукты реакций представляют собой черные порошки с плотностью 20–30 мг/см³. Порошки исследованы методами просвечивающей электронной микроскопии, комбинационного рассеяния, рентгеноструктурного анализа. Частицы – полые или с заполненным центром глобулярные луковичные структуры размером до 100 нм. Рентгеноструктурный анализ показал наличие графитоподобных кристаллитов размерами менее 10 нм во всех образцах. Комбинационное рассеяние показало главным образом sp²-гибридизацию углерода. Показаны широкие возможности метода циклического адиабатического сжатия для пиролиза углеводородов с целью производства разнообразных углеродных структур, позволившие осуществить регулируемый выход углеродных наноматериалов с требуемой для практического использования морфологией.

Ключевые слова

циклический химический реактор, адиабатическое сжатие, пиролиз углеводородов, углеродные наноматериалы, буферный газ

Благодарности

Экспериментальные работы по получению и исследованию свойств углеродных наноматериалов, кроме РФА, были выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, проект № FSUS-2020-0039. Исследование свойств углеродных наноматериалов методом РФА было выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, проект N121031700321-3. В экспериментах исполь-

© Ездin Б. С., Васильев С. А., Яценко Д. А., Федоров В. Е., Иванова М. Н., Каляда В. В.,
Пахаруков Ю. В., Шабиев Ф. К., Зарвин А. Е., 2022

зовано оборудование ЦКП «Прикладная физика» НГУ. Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования Отдела прикладной физики Физического факультета НГУ. Измерения проведены на оборудовании ЦКП «ВТАН» отдела АТИЦ НГУ.

Для цитирования

Ездин Б. С., Васильев С. А., Яценко Д. А., Федоров В. Е., Иванова М. Н., Каляда В. В., Пахаруков Ю. В., Шабиев Ф. К., Зарвин А. Е. Синтез углеродных наночастиц в реакторе сжатия в атмосфере буферных газов // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 29–46. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-29-46

The Synthesis of Carbon Nanoparticles in a Compression Reactor in the Atmosphere of Buffer Gases

Boris S. Ezdin¹, Sergei A. Vasiljev², Dmitriy A. Yatsenko³, Vladimir E. Fedorov⁴
Mariia N. Ivanova⁵, Valeriy V. Kalyada⁶, Yuri V. Pakharukov⁷, Farid K. Shabiev⁸
Aleksandr E. Zarvin⁹

^{1–3,6,9}Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russia

^{7,8}Tyumen State University
Tyumen, Russia

³Boreskov Institute of Catalysis SB RAS
Novosibirsk, Russia

^{4,5}Nikolaev Institute of Inorganic Chemistry SB RAS
Novosibirsk, Russia

⁶daf2@mail.ru

Abstract

We investigated the physicochemical aspects of the gas-phase nanopowder synthesis using a cyclic compression reactor. Compression of precursors (methane, ethylene, acetylene) under conditions close to the adiabatic ones in the atmosphere of buffer monatomic gases (argon, helium, neon) was used. The influence of pressure in the reactor and volumetric ratio of precursor/buffer gas mixture on the composition, morphology, and structure of carbon-containing particles representing the pyrolysis product was studied. Complete pyrolysis was observed for all studied precursors, but under different conditions. Thermal decomposition of methane, having the minimum enthalpy of formation, was observed in an atmosphere with argon content 97.5 % at a peak pressure more than 10 MPa. Helium showed limited possibilities for thermal relaxation under the conditions of fast reactions (< 50 ms). Only acetylene with the maximum enthalpy of formation was decomposed in the atmosphere of helium. The solid reaction products represented black colored powders with a bulk density of 20–30 mg/cm³. The powders were examined by transmission electron microscopy and scanning electron microscopy, Raman scattering and X-ray diffraction analysis. The particles represent globular bulbous structures up to 100 nm in size, either hollow or filled inside. X-ray diffraction analysis showed the presence of a graphite-like structure with crystallite sizes less than 10 nm in all samples. Raman analysis showed mainly sp² hybridization of carbon. The cyclic compression method demonstrates wide range of opportunities for the pyrolysis of hydrocarbons aiming at the production of a variety of carbon structures, which enables for the fine tuning in terms of the yield of products of the required morphology for practical use.

Keywords

cyclic chemical reactor, adiabatic compression, pyrolysis of hydrocarbons, carbon nanomaterials, buffer gas

Funding

The experimental work on the production and studying the properties of carbon nanomaterials, except for XRD, was carried out with the financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, project No. FSUS-2020-0039. The study of the properties of carbon nanomaterials by XRD was carried out with the financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, project N121031700321-3. The work was carried out on the equipment of the Applied Physics Center for Collective Use of the Physics Faculty of the Novosibirsk State University (NSU); measurements were performed on the equipment of the Center for Collective Use “VTAH” in the ATRC department of NSU.

For citation

Ezdin B. S., Vasiljev S. A., Yatsenko D. A., Fedorov V. E., Ivanova M. N., Kalyada V. V., Pakharukov Yu. V., Shabiev F. K., Zarvin A. E. The Synthesis of Carbon Nanoparticles in a Compression Reactor in the Atmosphere of Buffer Gases. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 29–46. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-29-46

Введение

Разработка новых методов синтеза углеродных наночастиц с особыми физико-химическими свойствами является одним из перспективных направлений нанотехнологий. Интерес к углеродным структурам, особенно к наноструктурам, определяется все возрастающими возможностями их применения в различных технологиях. Для чистого углерода известно несколько аллотропных модификаций. К аморфному углероду можно отнести уголь, сажу, нанопену; к кристаллическим аллотропам – нанотрубки, алмаз, фуллерены, графит, лонсдейлит, карбин. Получение углеродных структур в присутствии катализаторов, применение в качестве прекурсоров веществ, содержащих другие элементы, позволяет получать нанотрубки с внутренними включениями металлов [1], фуллерены с различными атомами, заполняющими внутренние пустоты [2], углеродные core-shell структуры с металлами, оксидами металлов, кремнием [3] и прочие углеродные структуры.

Углеродные нанотрубки находят все большее применение в конструкционных и инструментальных материалах, в производственных технологиях, триботехнике, электронной технике, в сфере защиты поверхности материалов, медицины, биотехнологий, военном деле и др. [4]. Перспективно применение фуллеренов в фотовольтаике [5], фотокатализе [6], в топливных элементах [7], мембранных технологиях [8], в биологии и медицине [9], в качестве нанодобавки для полимерных композитов [10]. Материалы на базе графена могут применяться в хранении энергии [11], в газовых детекторах [12], в электронных приборах [13], в плазмонике [14] и др. Core-shell структуры представляют интерес для электрохимического хранения энергии [3], триботологии [15] и в нефтедобывающей промышленности – для повышения нефтеотдачи [16].

Для синтеза аллотропов углерода, представляющих интерес в той или иной сфере, используются различные экспериментальные и промышленные технологии. Для получения нанотрубок и фуллеренов применяются химические реакторы проточного типа с дуговым разрядом [17]. Нанопены [18] и нанотрубки [19] получают методом лазерной абляции углеродной мишени в вакууме. Пиролиз углеводородов применяется для синтеза различных углеродных структур, в частности, наносфер с графитовой оболочкой [20].

Каждый из методов имеет свои недостатки и свои преимущества, многие из которых еще только предстоит определить в ходе экспериментов и промышленных апробаций, поскольку практическое использование многих углеродных структур находится на начальном этапе.

1. Экспериментальная методика

В настоящей работе для синтеза наноматериалов в газофазном процессе использовалось пиролизное разложение углеводородов в химическом реакторе циклического сжатия. Этот метод обеспечивает однородность условий в реакторном объеме, позволяет менять условия синтеза в широком диапазоне параметров, и тем самым позволяет контролировать морфологию и размер получаемых нанопорошков. Предлагаемый метод проточного циклического сжатия реагентов новый, масштабируемый, ориентированный на получение нанопорошков в количествах, необходимых для промышленных целей.

Реактор представляет собой тепловую машину циклического действия (рис. 1) [21], в которой осуществляется сжатие реакционной смеси парой «поршень – цилиндр» до температуры и давления, необходимых для быстрого протекания химических реакций. В стадии расширения продукты реакций охлаждаются, происходит их закалка, в результате чего кристаллизуются

ся твердые продукты, которые выводятся из реакторного объема вместе с газообразной составляющей (водород, буферный газ и непрореагировавший прекурсор).

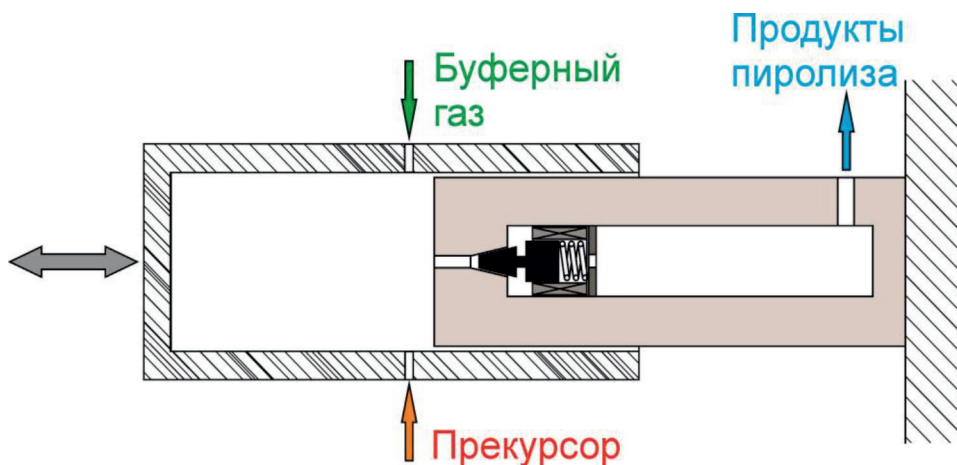


Рис. 1. Схема реактора циклического сжатия

Fig. 1. Scheme of a cyclic compression reactor

Кинематические схемы тепловых машин циклического действия хорошо проработаны и используются во многих современных устройствах. Так, в работе [22] применялся реактор вида «поршень – цилиндр» для пиролиза силана. В работе [23] исследовали пиролиз ацетилена в реакторе сжатия при давлениях до 0,9 МПа. Реакция осуществлялась в атмосфере гелия, благодаря чему достигалась адиабатичность процесса и температура 750 °С, что позволило получить углеродные наночастицы с атомами в sp^2 -гибридизации. В работе [24] приведены результаты конверсии метана в этилен в реакторе сжатия со свободным поршнем при температуре 900–1600 К и давлении вплоть до 46 МПа. В качестве важного преимущества указано протекание реакций в отсутствие катализаторов, использование которых существенно удорожает процесс в случае промышленного применения. Однако использование адиабатического сжатия для получения наноматериалов в однократном процессе [22; 23] позволило получить незначительное количество продукта, достаточное лишь для исследовательских задач без возможности технологического применения метода. В работе [25] приведен более полный обзор использования реакторов вида «поршень – цилиндр» для синтеза и разложения различных углеводородов.

Выбор в пользу системы «поршень – цилиндр» объясняется существенным потенциалом с точки зрения промышленного применения, благодаря современному технологическому состоянию в мире. Кроме того, конструкция нашего реактора защищена патентом [26]. Специальное покрытие стенок цилиндра обеспечивает пониженное трение и существенное снижение утечки газов из реакторной зоны в отсутствие смазочных материалов.

Для повышения температуры в реакторном объеме применялось адиабатическое сжатие в атмосфере буферных одноатомных газов: гелия, неона, аргона. В качестве прекурсоров использовались метан, ацетилен, этилен, моносилан. Диаметр поршня и максимальный объем реактора составляли, соответственно, 47 мм и ~0,35 л. Максимальная степень сжатия – 100. Частота хода поршня относительно цилиндра – ≤ 10 Гц. Давление в реакторе измерялось градуированным тензодатчиком. Выпуск продуктов реакции осуществлялся в каждом цикле сжатия с помощью клапана с регулируемым по давлению открытием.

Состав газовых прекурсоров и газовых продуктов реакции контролировался в режиме реального времени универсальным газоанализатором UGA-200. На рисунке 2 представлена типичная диаграмма газовых продуктов реакции.

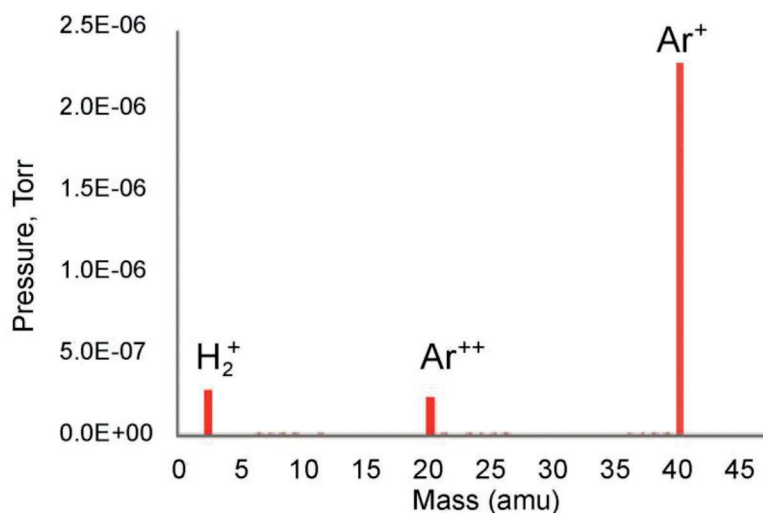


Рис. 2. Типичная диаграмма содержания газовых продуктов с аргоном в качестве буферного газа

Fig. 2. Typical diagram of gaseous reaction products with argon as buffer gas

В таблице 1 представлены исследовавшиеся образцы с указанием условий их получения.

Таблица 1

Образцы продуктов пиролиза углеводородов и условия их получения

Table 1

Samples of Hydrocarbon Pyrolysis Products and Conditions for Their Production

	Прекурсор	Энтальпия образования прекурсора, кДж/моль*	Содержание прекурсора	Буферный газ	Содержание буферного газа	Макс. давление, МПа	Степень разложения прекурсора $\pm 2\%$
Образец 1	CH ₄	-74,9	5 %	Ar	95 %	10,0	88 %
Образец 2	C ₂ H ₄	52,5	5 %	Ar	95 %	8,0	98 %
Образец 3	C ₂ H ₄		10 %	Ar	90 %	10,0	90 %
Образец 4	C ₂ H ₂	226,7	28 %	Ne	72 %	3,5	82 %
Образец 5	C ₂ H ₂		28 %	Ne	72 %	5,5	91 %
Образец 6	C ₂ H ₂		28 %	Ne	72 %	7,2	96 %
Образец 7	C ₂ H ₂		28 %	Ne	72 %	9,0	97 %
Образец 8	C ₂ H ₂		17 %	Ne/He	45 %/38 %	7,5	88 %

* Данные NIST: <https://webbook.nist.gov/chemistry/>

Образцы, представленные в таблице 1, а также ряд образцов, не упомянутых в данной статье, позволяют выявить качественную зависимость степени разложения от состава прекурсора и буферного газа, содержания прекурсора в газовой смеси, давления и энтальпии образования прекурсора. Повышение давления и энтальпии образования приводят к увеличению внутренней энергии газовой смеси и, как следствие, к росту степени переработки прекурсора. Увеличение содержания прекурсора в газовой смеси уменьшает показатель адиабаты газовой смеси, что приводит к снижению максимальной температуры и, соответственно, степени переработки прекурсора. Довольно неочевидной оказалась зависимость степени переработки прекурсора от состава буферного газа, ведь показатель адиабаты у них одинаковый, и, с точки зрения тер-

модинамики, все эти газы равнозначны. В порядке увеличения переработки их можно разместить в последовательности $\text{He} \rightarrow \text{Ne} \rightarrow \text{Ar}$. Мы связываем это с двумя факторами. Во-первых, именно в таком порядке эти газы соотносятся по атомным массам $4 \rightarrow 20 \rightarrow 40$ а. е. м. Кроме того, в таком же порядке идут и их радиусы: $0,57 \rightarrow 0,63 \rightarrow 1,30$ радиусов Бора [27]. Соответственно, отличаются сечения столкновений. Мы предполагаем, что в неравновесных условиях быстропротекающих реакций разложения прекурсора и синтеза углеродных частиц относительно малая масса и сечение столкновений атомов гелия существенно ограничивают кинетику теплопередачи между буферным газом и прекурсором, что должно приводить к недогреву прекурсора и снижению степени его переработки по сравнению с аргоном. Неон при этом занимает промежуточное положение между гелием и аргоном. Проверка этого предположения не является предметом данной статьи.

1. Результаты исследования наноматериалов. Микроскопия

Исследование проводилось на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2200FS (JEOL Ltd., Япония), работающим при ускоряющем напряжении 200 кВ (ТЕМ-микроскопия). Цифровая обработка полученных электронно-микроскопических изображений с расчетом наблюдаемых межплоскостных расстояний по Фурье-анализу области производилась в программе GatanDigitalMicrograph. Частицы образцов наносились диспергированием взвеси в спирте на медные подложки с использованием ультразвукового диспергатора.

Синтезированные углеродные наночастицы в основном представляли собой сферические луковичные структуры и частицы неправильной формы. На рисунке 3 представлены характерные изображения углеродных луковичных структур с внутренними полостями и без полостей для образца 1 (табл. 1). На фотографии видны более мелкие слоистые структуры, расстояния между которыми составляют 3–4 Å (рис. 4), что соответствует межслоевым расстояниям мультислойных луковичных и тубулярных углеродных структур.

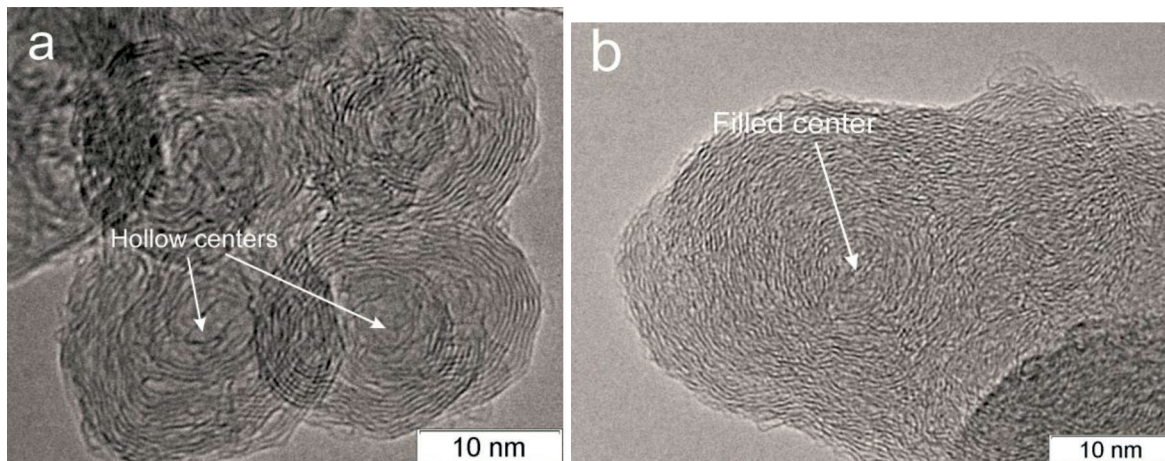


Рис. 3. ТЕМ-изображения углеродных наночастиц образца 1 с внутренними полостями (а) и без них (б)

Fig. 3. TEM images of soot globules of carbon nanoparticles of the sample 1 with (a), and without (b) internal cavities

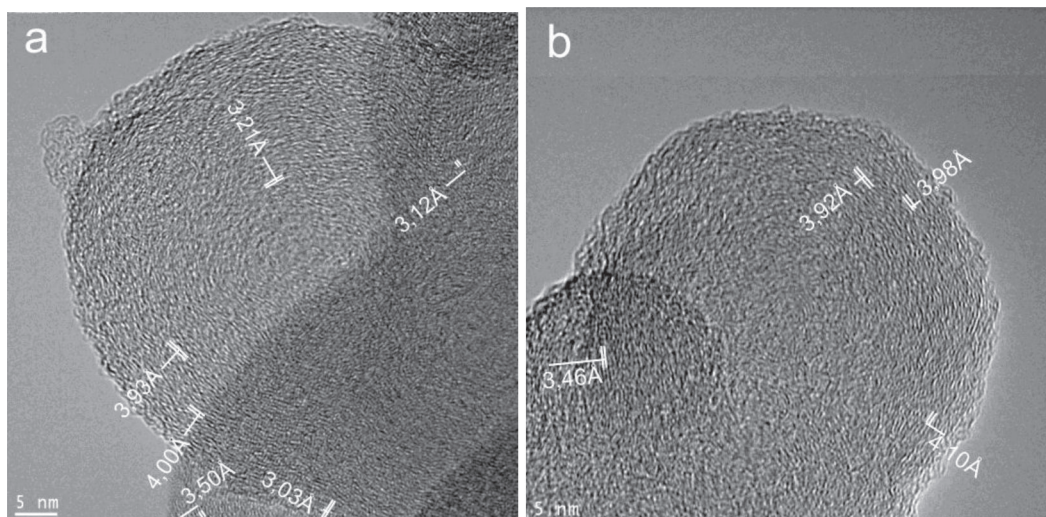


Рис. 4. TEM-изображения углеродных наночастиц: а) образец 6, б) образец 5

Fig. 4. TEM images of carbon nanoparticles: a) sample 6, b) sample 5

Основные размеры частиц находятся в диапазоне 20–50 нм. На рисунке 5 представлена характерная гистограмма распределения частиц по размерам для образцов 2–4.

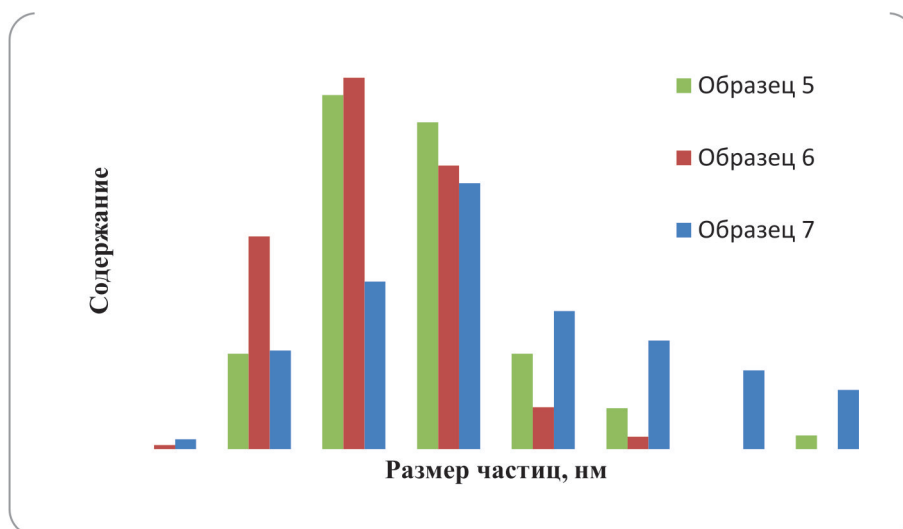


Рис. 5. Распределение частиц по размерам для образцов 5–7

Fig 5. The size distribution, nm, of particles synthesized for samples 5–7

На рисунке 5 видно, что максимум частиц по размерам для образцов 5 и 6 находится в области 30–40 нм, тогда как для образца 7 он смещается в область 40–50 нм. Образец 7 был получен при более высоком давлении (9 МПа). Повышение давления приводит к тому, что в реакторе реализуются более высокотемпературные условия на более длительное время, что должно приводить к увеличению времени синтеза наночастиц и, соответственно, их укрупнению.

2. Спектроскопия комбинационного рассеяния

Образцы углеродных наночастиц исследовались методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (рамановской спектроскопии). Использовался спектрометр T64000 (Horiba Jobin Yvon) с охлаждаемым жидким азотом ПЗС-матричным детектором и установка микро-комбинационного рассеяния на базе оптического микроскопа BX41 (Olympus, Япония). Спектральное разрешение обеспечивалось не хуже 2 см^{-1} . Образцы возбуждались линией аргонового лазера с длиной волны $514,5 \text{ нм}$. Лазерное излучение было линейно поляризованным. Поляризация рассеянного света не анализировалась. Во избежание нагрева порошков диаметр пятна составлял 50 мкм , мощность лазерного излучения, достигающего образца, составляла 1 мВт . Использовался объектив микроскопа с десятикратным увеличением. Спектры комбинационного рассеяния регистрировались при комнатной температуре в геометрии обратного рассеяния.

Характеризация углеродных наночастиц спектроскопией комбинационного рассеяния показывает у всех образцов ярко выраженные пики D и G . На рисунке 6 показаны типичные рамановские спектры углеродных наночастиц на примере образцов 2 и 3. Сильный пик G (Graphite) ($\sim 1580 \text{ см}^{-1}$) свидетельствует о наличии sp^2 -гибридизации и о значительном количестве графеновой составляющей. Пик D около 1335 см^{-1} одни исследователи связывают с наличием дефектов и неоднородностей графеновых структур (Disorder) и вкладом границ графеновых структур [28], тогда как другие соотносят его с алмазной sp^3 -гибридизацией углерода (Diamond) [29]. Существуют различные методики для оценки дефектности углеродных структур по соотношению пиков D и G . В работе [30] предложена формула, позволяющая вычислить характерный размер упорядоченных графеновых структур по соотношению интенсивностей пиков D и G :

$$L_a = C(\lambda) \cdot \left(\frac{I_D}{I_G} \right)^{-1}, \quad (1)$$

где I_D и I_G – амплитудные интенсивности полос в максимуме; $C(\lambda)$ – константа, зависящая от длины волны возбуждения, $C(514 \text{ нм}) = 4,4 \text{ нм}$. В работе [31] предложено вычислять эту величину по соотношениям интегральных интенсивностей пиков:

$$L_a = \frac{560}{E^4} \cdot \left(\frac{I_D^*}{I_G^*} \right)^{-1}, \quad (2)$$

где I_D^* и I_G^* – интегральные интенсивности пиков D и G ; E – энергия возбуждающего фотона ($E = 2,4 \text{ эВ}$ для 514 нм).

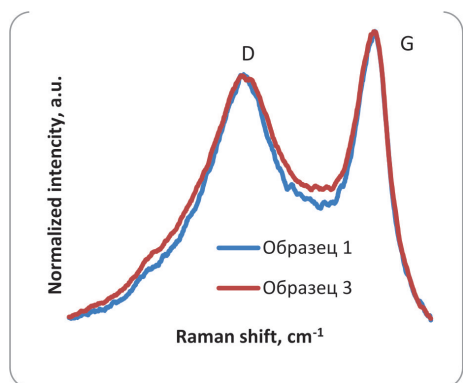


Рис. 6. КР-спектры наночастиц образцов 1 и 3 в области $1\,000\text{--}1\,600 \text{ см}^{-1}$

Fig. 6. Raman spectra of carbon nanoparticles of samples 1 and 3 in the range of $1,000\text{--}1,600 \text{ cm}^{-1}$

Формулы (1) и (2) дают схожие результаты, если площадь под пиком D больше площади под пиком G примерно в четыре раза. Полученные нами рамановские спектры наночастиц

при различных давлениях и с различными прекурсорами показывают двукратную разницу в оценке графеновых структур по формулам (1) и (2) – 5 и 10 нм соответственно. В работе [32] отмечено наличие существенных расхождений между формулами (1) и (2) при размерах кристаллических углеродных структур менее 15–20 нм, что соответствует и нашим образцам.

В работе [33] предложена методика аппроксимации пиков рамановских спектров пятью гауссовыми компонентами. На рисунке 7 представлено аналогичное разложение на гауссовы компоненты графиков, представленных на рисунке 6. Как отмечается в [33], «использование гауссовой формы для отдельных компонент представляется оправданным, поскольку она описывает неоднородное уширение спектральных полос, свойственное неупорядоченным структурам».

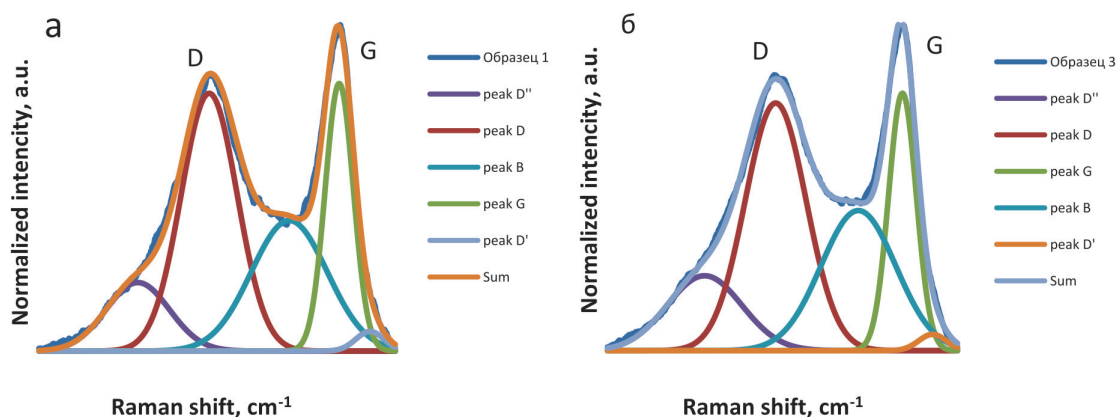


Рис. 7. Разложение рамановских спектров рис. 6 на гауссовы компоненты: а) для образца 1; б) для образца 3

Fig. 7. Decomposition of the Raman spectra of Fig. 6 into Gaussian components: а) for the sample 1; б) for the sample 3

Аппроксимация пятью гауссовыми компонентами удовлетворительно описывает измеренные значения. Данные приведены в таблице 2. Нормировка значений аппроксимации проводилась на максимальное экспериментальное значение. Среднеквадратичные отклонения данных аппроксимации и измеренных значений составляют 1,8 и 1,5 % для рисунков 7а и 7б соответственно. Пики *G* приходятся на частоту 1 590 см⁻¹, а пики *D* – на частоту 1 334–1 337 см⁻¹. Пик *D'* связан с наличием дефектов в виде дислокаций и оборванных С–С связей гексагона графенового листа [34]. Поскольку интенсивность его незначительна, таких дефектов меньше всего. Пик *D''* связан с вкладами из областей вблизи точки *K* границы зоны Бриллюэна из-за селективно правильной релаксации, возникающей из-за топологических дефектов [35–37]. Обращает на себя внимание наличие пика *B* на 1 500 см⁻¹. Этот пик появляется как результат разложения на гауссовы компоненты. Даже если его присутствие отражает недостаток такого разложения и имеет место лишь уширение пиков *D* и *G* по сравнению с гауссовым распределением, это уширение должно объясняться физическими эффектами. Обычно бездисперсную полосу в области ~1 530 см⁻¹ связывают с колебаниями аморфных углеродных структур в виде неупорядоченных атомов углерода с sp³-гибридизацией вне и между графеновых слоев [38]. Богданов [32] отмечает, что присутствие пяти- и семичленных углеродных колец, а возможно, даже целых кластеров на их основе также может приводить к появлению этой полосы, которая у него отмечается как полоса *A*. Кроме того, возможны также искривления графеновых слоев и их повороты друг относительно друга. Такие структурные изменения должны приводить к дополнительным напряжениям углеродных связей и давать полосы в КР-спектре со сдвигом относительно основных пиков *D* и *G*. Так, цилиндрическое искривление графеновых слоев в однослойных углеродных нанотрубках приводит к появлению полосы *G'*, сдвинутой в сторону более низкой частоты от пика *G* [39]. При этом в многослойных нанотрубках из-за разной

кривизны слоев возникает множество близко расположенных мод, что отражается не отдельным пиком, а уширением пика G в области более низких частот. Сферическое искривление углеродного слоя в фуллеренах C_{60} дает моды $A_g(2)$ и $G_g(6)$ с экспериментальными данными частот 1 470 и 1 497–1 525 см^{-1} [40]. Фуллерены же могут иметь непосредственное отношение к углеродным наночастицам. Березкин [41] утверждает, что они могут являться зародышами углеродных наночастиц.

Таблица 2

Характеристики гауссовых компонент разложения рамановских спектров, представленных на рисунке 7

Table 2

Characteristics of Gaussian Components of Decomposition of the Raman Spectra on Figure 7

Пик	Образец 1					Образец 3				
	Рамановский сдвиг, см^{-1}	Нормированная амплитуда пика, %	Дисперсия $\cdot 10^4$	Амплитудное отношение I_D/I_G	Интегральное отношение I_D/I_G	Рамановский сдвиг, см^{-1}	Нормированная амплитуда пика, %	Дисперсия $\cdot 10^4$	Амплитудное отношение I_D/I_G	Интегральное отношение I_D/I_G
D''	1195	21,0	1,30	0,96	1,85	1195	23	0,90	0,96	2,06
D	1334	78,7	1,65			1337	76	1,35		
B	1496	40,0	0,90			1502	43	0,90		
G	1590	82,0	6,54			1590	79	6,54		
D'	1650	5,9	6,54			1650	5	6,54		

Размер углеродных структур для образца 1 по формуле (1) составляет $L_a = 4,6$ нм, а по формуле (2) $L_a = 9,1$ нм. Для образца 3 эти величины $L_a = 4,6$ нм и $L_a = 8,2$ нм соответственно.

4. Рентгеновский дифракционный анализ

Для экспериментального исследования структурных особенностей образцов был применен рентгенофазовый анализ (РФА). Дифракционные картины были получены на автоматическом дифрактометре Philips PW 1830/1710 (излучение $\text{CuK}\alpha$, графитовый монохроматор).

Дифрактограммы образцов 1 и 3 представлены на рисунке 8, а образцов 2, 3, 5 и 6 – на рисунке 9.

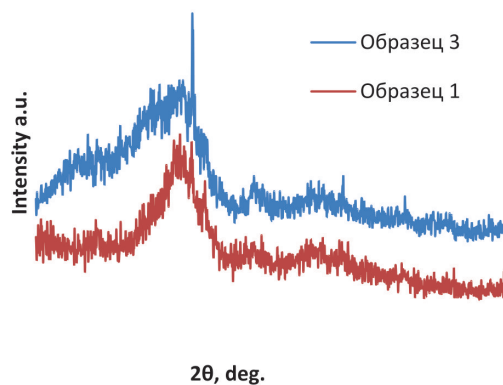


Рис. 8. Рентгеновские дифракционные картины для образцов 1 (красный) и 3 (синий)

Fig. 8. X-ray diffraction patterns for the samples 1 (red) and 3 (blue)

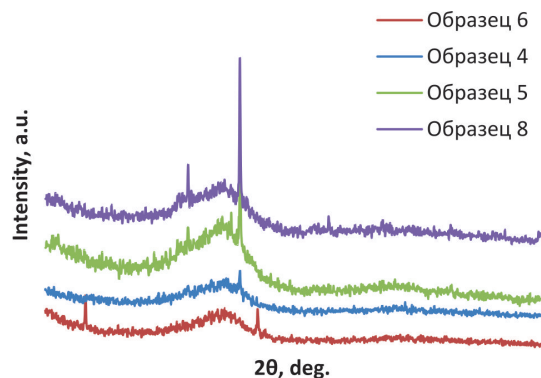


Рис. 9. Рентгеновские дифракционные картины для образцов 6 (красный), 4 (синий), 5 (зеленый) и 8 (фиолетовый)

Fig. 9. X-ray diffraction patterns for the samples 6 (red), 4 (blue), 5 (green) and 8 (violet)

Все дифрактограммы имеют широкие рефлексы на 26° и 43° , что соответствует индексам Миллера 002 и 100 для графита и указывает на наличие ультрадисперсных углеродных кристаллитов. Узкие пики могут свидетельствовать о наличии крупнокристаллических включений: в том числе рефлекс на $26,5^\circ$, проявляющий себя на большей части дифракционных картин, скорее всего, соответствует фазе графита.

Для определения структурных характеристик образцов спектры раскладывались на составляющие с использованием ПО Fytk 1.2.9 [42]. Структурные характеристики вычислялись по формулам [43; 44]:

- расстояние между углеродными сетками $d_{002} = \lambda / 2 \sin \theta_{002}$;
- толщина слоя $L_c = 0,89 \lambda / \beta_{002} \cos \theta_{002}$;
- диаметр углеродного слоя $L_a = 1,84 \lambda / \beta_{100} \cos \theta_{100}$.

Характерные размеры для образцов 1 и 3, представленных на рисунке 8, составили $L_c \sim 1$ нм и $L_a \sim 2$ нм, усредненные межплоскостные расстояния $d_{002} \sim 3,5$ Å. Следует отметить, что оценка размеров упорядоченных углеродных структур с помощью рентгеноструктурного анализа дает в несколько раз меньшие величины, чем анализ спектров комбинационного рассеяния. Такое расхождение может быть связано с особенностями РФА и КР. При оценке размеров кристаллитов методом РФА преимущественно учитывается размер, на котором соблюдается дальний порядок атомов углеродной структуры. Напрямую из законов дифракции определяется протяженность областей их когерентного рассеяния. Для методики КР вклад в размер частиц дают не только структуры с дальним порядком атомов, но и структуры, имеющие некоторые отклонения от него, такие как изгибы, смещения между графеновыми слоями как в плоскости слоев, так и в перпендикулярном направлении, повороты между слоями и т. п., которые и наблюдаются на фотографиях микроскопии.

Выводы

В работе исследовано влияние внешних параметров (давление, концентрация прекурсоров, химический состав буферных газов и др.) на пиролиз метана этилена и ацетилена в атмосфере буферных инертных газов при близких к адиабатическим условиям сжатия и последующий синтез углеродных наночастиц. Применение буферных одноатомных газов за счет высокого показателя адиабаты позволяет проводить пиролиз простых углеводородов, в частности, метана при относительно невысоких степенях сжатия и давлениях. Состав буферного газа оказывает значительное влияние на пиролиз в существенно нестационарных и неравновесных условиях цикла сжатия-расширения. В диапазоне рабочих давлений < 11 МПа в аргоне, самом тяжелом из применявшихся буферных газов, удалось разложить все рассмотренные углеводороды, тогда как в гелии пиролиз был осуществлен только для ацетилена, имеющего самую большую энтальпию образования. Эксперименты показали качественную зависимость

необходимого давления и процентного содержания прекурсоров в газовой смеси для полного пиролиза от энтальпии образования исходного сырья.

Следующий за пиролизом синтез приводит к образованию углеродных наночастиц. Время цикла ~50 мс достаточно для того, чтобы газовая смесь успела нагреться до температур, необходимых для проведения пиролиза, и прошел синтез с образованием углеродных глобулярных структур размером 20–50 нм. Повышение давления приводит к увеличению содержания частиц с размерами 50–100 нм.

Для изучения характеристик углеродных наночастиц были использованы: просвечивающая электронная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния света и рентгеноструктурный анализ. Микроскопия, КР и рентгеноструктурный анализ показывают значительное содержание аморфной фазы. Но КР и РФА также показывают, что имеются кристаллические включения размером несколько нанометров.

Результаты оказались воспроизводимыми по химическому составу и физическим свойствам (кристаллиты, аморфное состояние) синтезированного продукта. Подбор параметров синтеза обеспечивает высокую (практически полную) степень переработки исходных реагентов. Синтезированный продукт не содержит технологических загрязнений, химическая чистота определяется степенью очистки исходных реагентов. Метод демонстрирует высокую производительность и, являясь одностадийным, не требует последующей химической обработки, дезагрегации или функционализации наночастиц. Результаты исследований показали возможность тонкой настройки процесса синтеза наноматериалов для целевого использования в конкретных практических задачах.

Список литературы

1. Sano N., Akazawa H., Kikuchi T., Kanki T. Separated synthesis of iron-included carbon nanocapsules and nanotubes by pyrolysis of ferrocene in pure hydrogen // *Carbon*. 2003. Vol. 41. Pp. 2159–2179.
2. Murphy D. W., Rosseinsky M. J., Fleming R. M., Tycko R., Ramirez A. P., Haddon R. C., Siegrist T., Dabbagh G., Tully J. C., Walstedt R. E. Synthesis and characterization of alkali fullerides: AXC60 // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 1992. Vol. 53. P. 1321.
3. Feng H., Tang L., Zeng G., Tang J., Deng Y., Yan M., Liu Y., Zhou Y., Ren X., Chen S. Carbon-based core-shell nanostructured materials for electrochemical energy storage // *Journal of Materials Chemistry A*. 2018. Vol. 6. Pp. 7310–7337.
4. Третьяков Ю. Д. Основные направления фундаментальных и ориентированных исследований в области наноматериалов / Ю. Д. Третьяков, Е. А. Гудилин // *Успехи химии*. 2009. Т. 78, № 9. С. 867–888.
5. Yan J., Saunders B.R. Third-generation solar cells: a review and comparison of polymer: fullerene, hybrid polymer and perovskite solar cells // *RSC Advances*. 2014. Vol. 4. Pp. 43286–43314.
6. Zhang L., Wang Y., Xu T., Zhu S., Zhu Y. Surface hybridization effect of C60 molecules on TiO2 and enhancement of the photocatalytic activity // *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 2010. Vol. 331. Pp. 7–14.
7. Saga S., Matsumoto H., Saito K., Minagawa M., Tanioka A. Polyelectrolyte membranes based on hydrocarbon polymer containing fullerene // *Journal of Power Sources*. 2008. Vol. 176. Pp. 16–22.
8. Penkova A.V., Polotskaya G.A., Toikka A.M., Trchová M., Šlouf M., Urbanová M., Brus J., Brozová L., Pientka Z. Structure and Pervaporation Properties of Poly(phenylene-isophthalamide) Membranes Modified by Fullerene C60 // *Macromolecular Materials and Engineering*. 2009. Vol. 294. Pp. 432–440.

9. **Sijbesma R., Srdanov G., Wudl F., Castoro J. A., Wilkins C., Friedman S. H., DeCamp D. L., Kenyon G. L.** Synthesis of a fullerene derivative for the inhibition of HIV enzymes // *Journal of the American Chemical Society*. 1993. Vol. 115. Pp. 6510–6512.
10. **Penkova A. V., Acquah S. F. A., Piotrovskiy L. B., Markelov D. A., Semisalova A. S., Kroto H. W.** *Russian Chemical Reviews*, 86 (2017) 530–566.
11. **Viculis L. M., Mack J. J., Kaner R. B.** A chemical route to carbon nanoscrolls // *Science*. 2003. Vol. 299. P. 1361.
12. **Berger C., Song Z., Li T., X Li., Ogbazghi A. Y., Feng R., Dai Z., Marchenkov A. N., Conrad E. H., First P. N., de Heer W. A.** Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics // *Journal of Physical Chemistry B*. 2004. Vol. 108. Pp. 19912–19916.
13. **Wang S., Ang P. K., Wang Z., Tang A. L. L., Thong J. T. L., Loh K. P.** High Mobility, Printable, and Solution-Processed Graphene Electronics // *Nano Letters*. 2010. Vol. 10. Pp. 92–98.
14. **Fei Z., Rodin A. S., Andreev G. O., Bao W., McLeod A. S., Wagner M., Zhang L. M., Zhao Z., Thiemens M., Dominguez G., Fogler M. M., Castro Neto A. H., Lau C. N., Keilmann F., Basov D. N.** Gate-tuning of graphene plasmons revealed by infra red nano-imaging // *Nature*. 2012. Vol. 487. Pp. 82–85.
15. **Chen H., Zhang L., Li M., Xie G.** Synthesis of Core–Shell Micro/Nanoparticles and Their Tribological Application: A Review // *Materials*. 2020. Vol. 13. P. 4590.
16. **Ezdin B., Pakharukov Yu., Kalyada V., Shabiev F., Zarvin A., Yatsenko D., Safargaliev R., Ichshenko A., Volodin V.** The novel method of synthesis of nanostructured materials for the enhancing recovery in oil displacement technologies // *Catalysis Today*. 2021.
17. **Iijima S.** Helical microtubules of graphitic carbon // *Nature*. 1991. Vol. 354. Pp. 56–58.
18. **Rode A. V., Hyde S. T., Gamaly E. G., Elliman R. G., McKenzie D. R., Bulcock S.** Structural analysis of a carbon foam formed by high pulse-rate laser ablation // *Appl. Phys. A*. 1999. Vol. 69. Pp. 755–758.
19. **Guo T., Nikolaev P., Thess A., Colbert D. T., Smalley R. E.** Catalytic growth of single-walled nanotubes by laser vaporization // *Chemical Physics Letters*. 1995. Vol. 243. Pp. 49–54.
20. **Jin Y. Z., Gao C., Hsu W. K., Zhu Y., Huczko A., Bystrzejewski M., Roe M., Lee C. Y., Acquah S., Kroto H., Walton D. R. M.** Large-scale synthesis and characterization of carbon spheres prepared by direct pyrolysis of hydrocarbons // *Carbon*. 2005. Vol. 43. Pp. 1944–1953.
21. **Ezdin B. S., Fedorov V. E., Nikiforov A. A., Zarvin A. E., Mishchenko I. V., Kalyada V. V., Khodakov M. D.** New compression reactor for hyperbaric hydrocarbon conversion // *Nonequilibrium Processes in Plasma, Combustion and Atmosphere* / Ed. by A. M. Starik and S. M. Frolov. Moscow: TORUS PRESS Ltd., 2012. Pp. 179–182.
22. **Morrison P. W., Reimer J. A.** Silane pyrolysis in a piston reactor // *AIChE J.* 1989. Vol. 35. Pp. 793–802.
23. **Fedoseeva Y. V., Popov K. M., Pozdnyakov G. A., Yakovlev V. N., Sen'kovskiy B. V., Bulusheva L. G., Okotrub A. V.** Structure of carbon nanoparticles synthesized by adiabatic compression of acetylene and their application in supercapacitors // *Journal of Structural Chemistry*. 2017. Vol. 58. Pp. 1196–1204.
24. **Slotboom Y., Roosjen S., Kronberg A., Glushenkov M., Kersten S. R. A.** Methane to ethylene by pulsed compression // *Chemical Engineering Journal*. 2021. Vol. 414. P. 128821.
25. **Ashok A., Katebah M. A., Linke P., Kumar D., Arora D., Fischer K., Jacobs T., Al-Rawashdeh M.** Review of piston reactors for the production of chemicals // *Rev. Chem. Eng.* 2021. doi: 10.1515/revce-2020-0116.
26. **Никифоров А. А., Ездин Б. С., Куприков М. Ю.** Химический реактор сжатия. RU2640079. 2017.
27. **Mann J. B.** Atomic Structure Calculations II. Hartree-Fock wave functions and radial expectation values: hydrogen to lawrencium. LA-3691, Los Alamos Scientific Laboratory, USA, 1968.

28. **Pimenta M. A., Dresselhaus G., Dresselhaus M. S., Cancado L. G., Jorio A., Saito R.** Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy // *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2007. Vol. 9. Pp. 1276–1291.
29. **Тихомиров С., Кимстач Т.** Спектроскопия комбинационного рассеяния – перспективный метод исследования углеродных наноматериалов // *Аналитика*. 2011. Т. 1, № 1. С. 28.
30. **Knight D. S., White W. B.** Characterization of diamond films by Raman spectroscopy // *J. Mater. Res.* 1989. Vol. 4. Pp. 385–393.
31. **Cancado L. G., Takai K., Enoki T., Endo M., Kim Y. A., Mizusaki H., Jorio A., Coelho L. N., Magalhães-Paniago R., Pimenta M. A.** General equation for the determination of the crystallite size L_a of nanographite by Raman spectroscopy // *Appl. Phys. Lett.* 2006. Vol. 88. P. 163106.
32. **Богданов К. В.** Резонансная рамановская спектроскопия наноуглеродных материалов. Дис... канд. физ.-мат. наук. Санкт-Петербург, 2014. <https://vak.minobrnauki.gov.ru/advert/174830>.
33. **Сморгонская Э. А., Звонарева Т. К., Иванова Е. И., Новак И. И., Иванов-Омский В. И.** Однофононные рамановские спектры углерода в композитных пленках, полученных модифицированием аморфного гидрированного углерода медью и кобальтом // *Физика твердого тела*. 2003. Т. 45, вып. 9. С. 1579.
34. **Wu J. B., Lin M. L., Cong X., Liu H. N., Tan P. H.** Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices // *Chem. Soc. Rev.* 2018. Vol. 47. Pp. 1822–1873.
35. **Harris P. J. F., Burian A., Duber S.** High-resolution electron microscopy of a microporous carbon // *Philosophical Magazine Letters*. 2000. Vol. 80. Pp. 381–386.
36. **Harris P. J. F.** Fullerene-related structure of commercial glassy carbons // *Philosophical Magazine*. 2004. Vol. 84. Pp. 3159–3167.
37. **Galakhov V. R., Bulina A., Neumann M., Ovechkina N. A., Shkvarin A. S., Semenova A. S., Uimin M. A., Yermakov A. Ye., Kurmaev E. Z., Vilkov O. Y., Boukhvalov D. W.** Carbon States in Carbon-Encapsulated Nickel Nanoparticles Studied by Means of X-Ray Absorption, Emission, and Photoelectron Spectroscopies // *J. Phys. Chem. C*. 2011, Vol. 115. Pp. 24615–24620.
38. **Ungár T., Gubicza J., Trichy G., Pantea C., Zerda T. W.** Size and shape of crystallites and internal stresses in carbon blacks // *Composites Part A: Applied Science and manufacturing*. 2005. Vol. 36(4). Pp. 431–436.
39. **Соколовский Д. И.** Электрофизические свойства и спектроскопия комбинационного рассеяния жгутов одностенных и двустенных углеродных нанотрубок при высоких давлениях. Дис... канд. физ.-мат. наук. Екатеринбург, 2019. <https://vak.minobrnauki.gov.ru/advert/100047131>.
40. **Kuzmany H., Pfeiffer R., Hulman M., Kramberger C.** Raman Spectroscopy of Fullerenes and Fullerene-Nanotube Composites // *Philosophical Transactions: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. Vol. 362, Vol. 1824, Raman Spectroscopy in Carbons: From Nanotubes to Diamond (Nov. 15, 2004). Pp. 2375–2406.
41. **Berezkin V. I.** Fullerenes as nuclei of carbon black particles // *Physics of the Solid State*. 2000. Vol. 42. Pp. 580–585.
42. **Wojdyr M.** Fityk: a general-purpose peak fitting program // *J. Appl. Cryst.* 2010. Vol. 43. Pp. 1126–1128.
43. **Meng J., Li S., Niu J.** Crystallite structure characteristics and its influence on methane adsorption for different rank coals // *ACS Omega*. 2019. Vol. 4. Pp. 20762–20772.
44. **Xiong Y., Jin L., Yang H., Li Y., Hu H.** Insight into the aromatic ring structures of a low-rank coal by step-wise oxidation degradation // *Fuel Processing Technology*. 2020. Vol. 210. P. 106563.

References

1. Sano N., Akazawa H., Kikuchi T., Kanki T. Separated synthesis of iron-included carbon nanocapsules and nanotubes by pyrolysis of ferrocene in pure hydrogen. *Carbon*, 2003, vol. 41, pp. 2159–2179.
2. Murphy D. W., Rosseinsky M. J., Fleming R. M., Tycko R., Ramirez A. P., Haddon R. C., Siegrist T., Dabbagh G., Tully J. C., Walstedt R. E. Synthesis and characterization of alkali fullerenes: AXC60. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1992, vol. 53, p. 1321.
3. Feng H., Tang L., Zeng G., Tang J., Deng Y., Yan M., Liu Y., Zhou Y., Ren X., Chen S. Carbon-based core-shell nanostructured materials for electrochemical energy storage. *Journal of Materials Chemistry A*, 2018, vol. 6, pp. 7310–7337.
4. Tratyakov Yu. D. et al. Main areas of fundamental and oriented research of nanomaterials. *Uspekhi Khimii*, 2009, vol. 78, no. 9, pp. 867–888. (in Russ.)
5. Yan J., Saunders B. R. Third-generation solar cells: a review and comparison of polymer: fullerene, hybrid polymer and perovskite solar cells. *RSC Advances*, 2014, vol. 4, pp. 43286–43314.
6. Zhang L., Wang Y., Xu T., Zhu S., Zhu Y. Surface hybridization effect of C60 molecules on TiO₂ and enhancement of the photocatalytic activity. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 2010, vol. 331, pp. 7–14.
7. Saga S., Matsumoto H., Saito K., Minagawa M., Tanioka A. Polyelectrolyte membranes based on hydrocarbon polymer containing fullerene. *Journal of Power Sources*, 2008, vol. 176, pp. 16–22.
8. Penkova A. V., Polotskaya G. A., Toikka A. M., Trchová M., Šlouf M., Urbanová M., Brus J., Brozová L., Pientka Z. Structure and Pervaporation Properties of Poly(phenylene-isophthalamide) Membranes Modified by Fullerene C60. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2009, vol. 294, pp. 432–440.
9. Sijbesma R., Srdanov G., Wudl F., Castoro J. A., Wilkins C., Friedman S. H., DeCamp D. L., Kenyon G. L. Synthesis of a fullerene derivative for the inhibition of HIV enzymes. *Journal of the American Chemical Society*, 1993, vol. 115, pp. 6510–6512.
10. Penkova A. V., Acquah S. F. A., Piotrovskiy L. B., Markelov D. A., Semisalova A. S., Kroto H. W. *Russian Chemical Reviews*, 2017, vol. 86, pp. 530–566.
11. Viculis L. M., Mack J. J., Kaner R. B. A chemical route to carbon nanoscrolls. *Science*, 2003, vol. 299, p. 1361.
12. Berger C., Song Z., Li T., X Li., Ogbazghi A. Y., Feng R., Dai Z., Marchenkov A. N., Conrad E. H., First P. N., de Heer W. A. Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics. *Journal of Physical Chemistry B*, 2004, vol. 108, pp. 19912–19916.
13. Wang S., Ang P. K., Wang Z., Tang A. L. L., Thong J. T. L., Loh K. p. High Mobility, Printable, and Solution-Processed Graphene Electronics. *Nano Letters*, 2010, vol. 10, pp. 92–98.
14. Fei Z., Rodin A. S., Andreev G. O., Bao W., McLeod A. S., Wagner M., Zhang L. M., Zhao Z., Thiemens M., Dominguez G., Fogler M. M., Castro Neto A. H., Lau C. N., Keilmann F., Basov D. N. Gate-tuning of graphene plasmons revealed by infra red nano-imaging. *Nature*, 2012, vol. 487, pp. 82–85.
15. Chen H., Zhang L., Li M., Xie G. Synthesis of Core-Shell Micro/Nanoparticles and Their Tribological Application: A Review. *Materials*, 2020, vol. 13, p. 4590.
16. Ezdin B., Pakharukov Yu., Kalyada V., Shabiev F., Zarvin A., Yatsenko D., Safargaliev R., Ichshenko A., Volodin V. The novel method of synthesis of nanostructured materials for the enhancing recovery in oil displacement technologies. *Catalysis Today*, 2021.
17. Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 1991, vol. 354, pp. 56–58.

18. **Rode A. V., Hyde S. T., Gamaly E. G., Elliman R. G., McKenzie D. R., Bulcock S.** Structural analysis of a carbon foam formed by high pulse-rate laser ablation. *Appl. Phys. A*, 1999, vol. 69, pp. 755–758.
19. **Guo T., Nikolaev P., Thess A., Colbert D. T., Smalley R. E.** Catalytic growth of single-walled nanotubes by laser vaporization. *Chemical Physics Letters*, 1995, vol. 243, pp. 49–54.
20. **Jin Y. Z., Gao C., Hsu W. K., Zhu Y., Huczko A., Bystrzejewski M., Roe M., Lee C. Y., Acquah S., Kroto H., Walton D. R. M.** Large-scale synthesis and characterization of carbon spheres prepared by direct pyrolysis of hydrocarbons. *Carbon*, 2005, vol. 43, pp. 1944–1953.
21. **Ezdin B. S., Fedorov V. E., Nikiforov A. A., Zarvin A. E., Mishchenko I. V., Kalyada V. V., Khodakov M. D.** New compression reactor for hyperbaric hydrocarbon conversion. *Nonequilibrium Processes in Plasma, Combustion and Atmosphere* / Ed. by A. M. Starik and S. M. Frolov. Moscow: TORUS PRESS Ltd., 2012, pp. 179–182.
22. **Morrison P. W., Reimer J. A.** Silane pyrolysis in a piston reactor. *AIChE J.* 1989, vol. 35, pp. 793–802.
23. **Fedoseeva Y. V., Popov K. M., Pozdnyakov G. A., Yakovlev V. N., Sen'kovskiy B. V., Bulusheva L. G., Okotrub A. V.** Structure of carbon nanoparticles synthesized by adiabatic compression of acetylene and their application in supercapacitors. *Journal of Structural Chemistry*, 2017, vol. 58, pp. 1196–1204.
24. **Slotboom Y., Roosjen S., Kronberg A., Glushenkov M., Kersten S. R. A.** Methane to ethylene by pulsed compression. *Chemical Engineering Journal*, 2021, vol. 414, p. 128821.
25. **Ashok A., Katebah M. A., Linke P., Kumar D., Arora D., Fischer K., Jacobs T., Al-Rawashdeh M.** Review of piston reactors for the production of chemicals. *Rev. Chem. Eng.*, 2021. doi: 10.1515/revce-2020-0116
26. **Nikiforov A. A., Ezdin B. S., Kuprikov M. Yu.** Chemical reactor of compression. RU2640079. 2017.
27. **Mann J. B.** Atomic Structure Calculations II. Hartree-Fock wave functions and radial expectation values: hydrogen to lawrencium. LA-3691, Los Alamos Scientific Laboratory, USA, 1968.
28. **Pimenta M. A., Dresselhaus G., Dresselhaus M. S., Cancado L. G., Jorio A., Saito R.** Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2007, vol. 9, pp. 1276–1291.
29. **Tikhomirov S., Kimstach T.** Spectroscopy of combination scattering – a promising method of studying carbon nanomaterials. *Analitika*, 2011, vol. 1, no. 1, p. 28. (in Russ.)
30. **Knight D. S., White W. B.** Characterization of diamond films by Raman spectroscopy. *J. Mater. Res.*, 1989, vol. 4, pp. 385–393.
31. **Cancado L. G., Takai K., Enoki T., Endo M., Kim Y. A., Mizusaki H., Jorio A., Coelho L. N., Magalhaes-Paniago R., Pimenta M. A.** General equation for the determination of the crystallite size L_a of nanographite by Raman spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 2006, vol. 88, p. 163106.
32. **Bogdanov K. V.** Resonance Raman Spectroscopy of Nanocarbon Materials. Cand. of Sc. in Math. Thesis. St. Petersburg, 2014. <https://vak.minobrnauki.gov.ru/advert/174830>. (in Russ.)
33. **Smorgonskaya E. A., Zvonareva T. K., Ivanova E. I., Novak I. I., Ivanov-Omsky V. I.** Single-phonon Raman Spectres of carbon in composite films obtained by modifying amorphous hydrogenated carbon with Cu and Co. *Solid State Physics*, 2003, vol. 45, iss. 9, p. 1579. (in Russ.)
34. **Wu J. B., Lin M. L., Cong X., Liu H. N., Tan P. H.** Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices. *Chem. Soc. Rev.*, 2018, vol. 47, pp. 1822–1873.
35. **Harris P. J. F., Burian A., Duber S.** High-resolution electron microscopy of a microporous carbon. *Philosophical Magazine Letters*, 2000, vol. 80, pp. 381–386.
36. **Harris P. J. F.** Fullerene-related structure of commercial glassy carbons. *Philosophical Magazine*, 2004, vol. 84, pp. 3159–3167.
37. **Galakhov V. R., Buling A., Neumann M., Ovechkina N. A., Shkvarin A. S., Semenova A. S., Uimin M. A., Yermakov A. Ye., Kurmaev E. Z., Vilkov O. Y., Boukhvalov D. W.** Carbon States

- in Carbon-Encapsulated Nickel Nanoparticles Studied by Means of X-Ray Absorption, Emission, and Photoelectron Spectroscopies. *J. Phys. Chem. C*, 2011, vol. 115, pp. 24615–24620.
38. Ungár T., Gubicza J., Trichy G., Pantea C., Zerda T. W. Size and shape of crystallites and internal stresses in carbon blacks. *Composites Part A: Applied Science and manufacturing*, 2005, vol. 36(4), pp. 431–436.
39. Sokolovsky D. I. The electrophysical properties and spectroscopy of combination scattering of bundles of single-wall and two-wall nanotubes at high pressure. Cand. of Sc. in Phys. and Math. Thesis. Ekaterinburg, 2019. <https://vak.minobrnauki.gov.ru/advert/100047131>. (in Russ.)
40. Kuzmany H., Pfeiffer R., Hulman M., Kramberger C. Raman Spectroscopy of Fullerenes and Fullerene-Nanotube Composites. *Philosophical Transactions: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 362, Vol. 1824; Raman Spectroscopy in Carbons: From Nanotubes to Diamond (Nov. 15, 2004), pp. 2375–2406.
41. Berezkin V. I. Fullerenes as nuclei of carbon black particles. *Physics of the Solid State*, 2000, vol. 42, pp. 580–585.
42. Wojdyr M. Fityk: a general-purpose peak fitting program. *J. Appl. Cryst.*, 2010, vol. 43, pp. 1126–1128.
43. Meng J., Li S., Niu J. Crystallite structure characteristics and its influence on methane adsorption for different rank coals. *ACS Omega*, 2019, vol. 4, pp. 20762–20772.
44. Xiong Y., Jin L., Yang H., Li Y., Hu H. Insight into the aromatic ring structures of a low-rank coal by step-wise oxidation degradation. *Fuel Processing Technology*, 2020, vol. 210, p. 106563.

Информация об авторах

Борис Семенович Ездин, кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, ФФ НГУ

Сергей Александрович Васильев, ведущий инженер, ФФ НГУ

Дмитрий Анатольевич Яценко, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, ФФ НГУ

Владимир Ефимович Федоров, доктор химических наук, Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН

Мария Николаевна Иванова, кандидат химических наук, Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН

Валерий Владимирович Каляда, ведущий электроник, ФФ НГУ

Юрий Вавилович Пахаруков, профессор, доктор физико-математических наук, кафедра физики, методов контроля и диагностики ТюмГУ

Фарид Канафеевич Шабиев, кандидат физико-математических наук, доцент, ТюмГУ

Александр Евгеньевич Зарвин, кандидат физико-математических наук, доцент, заместитель декана ФФ НГУ

Information about the Authors

Boris S. Ezdin, Cand of Sc., leading researcher, Faculty of Physics, Novosibirsk State University

Sergei A. Vasiljev, leading engineer, Faculty of Physics, Novosibirsk State University

Dmitriy A. Yatsenko, Cand. of Sc., senior researcher, Faculty of Physics, Novosibirsk State University

Vladimir E. Fedorov, Dr Sc., Institute of Inorganic Chemistry SB RAS

Mariia N. Ivanova, Cand. of Sc., Institute of Inorganic Chemistry SB RAS

Valeriy V. Kalyada, leading electronic engineer, Faculty of Physics, Novosibirsk State University

Yuri V. Pakharukov, Professor, Dr Sc., Department of Physics, Control and Diagnostics Methods, Tyumen State University

Farid K. Shabiev, Cand. of Sc., Associate Professor, Tyumen State University.

Aleksandr E. Zarvin, Cand. of Sc., Associate Professor, Deputy Dean of the Faculty of Physics,
Novosibirsk State University

*Статья поступила в редакцию 29.04.2022; одобрена после рецензирования 13.09.2022;
принята к публикации 13.09.2022*

*The article was submitted 29.04.2022; approved after reviewing 13.09.2022;
accepted for publication 13.09.2022*

Структура и свойства композиционных покрытий, формируемых методом холодного газодинамического напыления смесей порошков алюминия и карбида бора

**Владимир Фёдорович Косарев¹, Владислав Сергеевич Шикалов²,
Марио Гамил Фуад³, Томила Максимовна Видюк⁴,
Сергей Владимирович Клинков⁵**

^{1,2,4,5}Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН
Новосибирск, Россия

³Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

¹vkos@itam.nsc.ru <https://orcid.org/0000-0001-8989-9646>

²v.shikalov@gmail.com <https://orcid.org/0000-0002-0491-2803>

³mariogamil1@gmail.com

⁴vidyuk@itam.nsc.ru <https://orcid.org/0000-0002-6819-8290>

⁵klyiii@yandex.ru <https://orcid.org/0000-0002-1424-8707>

Аннотация

В настоящей работе впервые проведено экспериментальное исследование влияния состава порошковой смеси алюминия и карбида бора на микроструктуру и основные свойства покрытий, формируемых методом холодного газодинамического напыления. Получена серия образцов с покрытиями на подложках из нержавеющей стали. Проведен анализ микроструктуры полученных покрытий методами сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа. Измерена микротвердость и адгезионная прочность покрытий. Показано, что увеличение доли карбида бора в порошковой смеси от 0 до 72 об.% приводит к росту его доли в покрытии от 0 до 1517 об.%, росту микротвердости от 46,3 до 72,4 HV0,3 и адгезионной прочности от 17,4 до 61,4 МПа. Полученные результаты открывают широкие перспективы применения метода холодного газодинамического напыления для создания функциональных покрытий, востребованных в атомной промышленности.

Ключевые слова

холодное газодинамическое напыление, композиционные покрытия, алюминий, карбид бора, микротвердость, адгезионная прочность

Благодарности

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Госкорпорации «Росатом» в рамках научного проекта № 20-21-00046. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Механика» (ИТПМ СО РАН).

Для цитирования

Косарев В. Ф., Шикалов В. С., Фуад М. Г., Видюк Т. М., Клинков С. В. Структура и свойства композиционных покрытий, формируемых методом холодного газодинамического напыления смесей порошков алюминия и карбида бора // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 47–52. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-47-52

Structure and Properties of Composite Coatings Cold Sprayed from Powder Mixtures of Aluminum and Boron Carbide

Vladimir F. Kosarev¹, Vladislav S. Shikalov², Mario G. Fouad³,
Tomila M. Vidyuk⁴, Sergey V. Klinkov⁵

^{1,2,4,5}Khrstianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

³Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russian Federation

¹vkos@itam.nsc.ru <https://orcid.org/0000-0001-8989-9646>

²v.shikalov@gmail.com <https://orcid.org/0000-0002-0491-2803>

³mariogamill@gmail.com

⁴vidyuk@itam.nsc.ru <https://orcid.org/0000-0002-6819-8290>

⁵sklyiii@yandex.ru <https://orcid.org/0000-0002-1424-8707>

Abstract

In the present work, an experimental study of the effect of aluminum and boron carbide powder mixture composition on the microstructure and basic properties of the cold sprayed coatings was carried out for the first time. A series of coatings deposited on stainless steel substrates was obtained. The microstructure of the deposited coatings was analyzed by scanning electron microscopy and X-ray diffraction analysis. The microhardness and bonding strength of the coatings were measured. It was shown that an increase from 0 to 72 vol.% in the boron carbide content in the powder mixture leads to an increase in its content from 0 to 15-17 vol.% in the coating, its microhardness – from 46.3 to 72.4 HV_{0.3}, and bonding strength – from 17.4 to 61.4 MPa. The obtained results open up broad prospects for the application of the cold spray method to deposition of functional coatings, which are highly demanded in the nuclear industry.

Keywords

cold spray, composite coatings, aluminum, boron carbide, microhardness, bonding strength.

Funding

The reported study was funded by RFBR and ROSATOM, project number 20-21-00046. The study was conducted at the Equipment Sharing Center «Mechanics» of ITAM SB RAS.

For citation

Kosarev V. F., Shikalov V. S., Fouad M. G., Vidyuk T. M., Klinkov S. V. Structure and Properties of Composite Coatings Cold Sprayed from Powder Mixtures of Aluminum and Boron Carbide. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 47–52. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-47-52

Введение

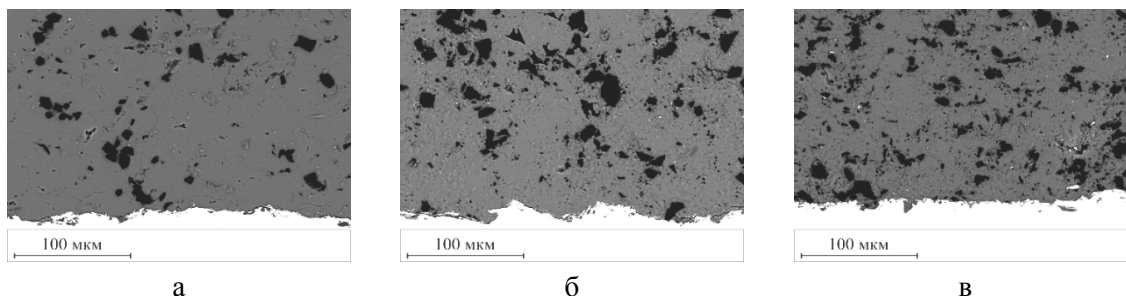
Карбид бора является одним из наиболее твердых и износостойких материалов, имеет высокую температуру плавления и теплоемкость в сочетании с низкой плотностью, а также обладает химической инертностью и способностью к эффективной абсорбции тепловых нейтронов. В последние десятилетия многими исследователями предпринимаются попытки создания композитов на основе алюминиевой матрицы, армированной частицами карбида бора, и внедрения их в атомную промышленность в качестве материала для защиты от нейтронного излучения. Привлекательным способом создания таких защитных покрытий представляется холодное газодинамическое напыление (ХГН). Умеренные температуры нагрева частиц при ХГН минимизируют окисление, фазовые превращения и термические напряжения в ХГН-покрытиях, по сравнению с газотермическими покрытиями. Работы, посвященные созданию покрытий на основе алюминиевой матрицы, армированной частицами карбида бора [1–4], в основном сосредоточены на изучении свойств покрытий, полученных при некоторой одной концентрации карбида бора в напыляемой смеси. Настоящая работа посвящена исследованию влияния состава порошковой смеси алюминия и карбида бора на микроструктуру и механические свойства (микротвердость, адгезионная прочность) получаемых ХГН-покрытий.

1. Материалы и методики

Для напыления покрытий использовались порошки алюминия и карбида бора со средними размерами 27 и 17 мкм соответственно, из которых были приготовлены механические смеси с концентрацией карбида бора 0, 32, 52 и 72 об.%. В качестве подложек использовались пластины из нержавеющей стали 08X18H10T размером $50 \times 30 \times 5$ мм, предварительно подвергнутые пескоструйной обработке. Напыление смесей проводилось на установке ХГН высокого давления (ИТПМ СО РАН, Россия) с использованием осесимметричного сопла Лаваля. В качестве рабочего газа использовался сжатый воздух с давлением торможения 4 МПа и температурой торможения 573 К. Анализ микроструктуры покрытий и зоны интерфейса проводился с помощью сканирующего электронного микроскопа EVO MA15 (Zeiss, Германия). Содержание карбида бора в покрытиях определялось двумя методами: при помощи анализа оптических изображений, полученных с использованием оптического микроскопа GX-51 (Olympus, Япония) на поперечных шлифах; методом Ритвелда по результатам рентгенофазового анализа поверхности покрытий на дифрактометре D8 ADVANCE (Bruker, Германия). Микротвердость покрытий измерялась на поперечных шлифах по методу Виккерса на микротвердомере DuraScan-50 (EMCO-Test, Австрия) при нагрузке 3 Н. Испытания на адгезионную прочность покрытий проводились в соответствии со стандартом ASTM C633-01 на испытательной машине Z100 (Zwick/Roell, Германия) клеевым методом.

2. Результаты и обсуждение

Для выбранных параметров напыления была получена серия образцов с покрытиями толщиной около 1 мм для дальнейшего исследования микроструктуры и свойств. На рисунке представлены изображения поперечного сечения образцов с покрытиями, полученными из смесей с концентрацией 32, 52 и 72 об.%. Частицы карбида бора равномерно распределены в алюминиевой матрице покрытий. На рентгенограммах полученных покрытий наблюдались дифракционные пики, соответствующие только фазам алюминия и карбида бора.



Изображения композиционных покрытий, полученных из смесей с концентрацией карбида бора 32 (а), 52 (б) и 72 (в) об.%

Images of composite coatings deposited from mixture with boron carbide 32 (a), 52 (б) и 72 (в) vol.%

Результаты измерений содержания карбида бора в полученных покрытиях и их основных свойств приведены в таблице.

Содержание карбида бора в композиционных покрытиях и их основные свойства

Content of Boron Carbide in Composite Coatings and Their Basic Properties

Содержание карбида бора в смеси, об. %	Содержание карбида бора в покрытии, об. %		Микротвердость, HV _{0,3}	Адгезионная прочность, МПа
	Оптический анализ изображений	Метод Ритвельда		
0	0	0	46,3 ± 1,5	17,4 ± 3,6
32	8	12	59,1 ± 1,0	23,7 ± 0,9
52	16	14	66,3 ± 1,6	40,7 ± 2,4
72	15	17	72,4 ± 0,9	61,4 ± 0,6

Данные по содержанию карбида бора в покрытиях, полученные с помощью анализа оптических изображений и рентгенофазового анализа, находятся в удовлетворительном согласии. С увеличением концентрации карбида бора в смеси содержание его в покрытии увеличивается, однако во всех случаях оказывается существенно ниже, чем в смеси.

Микротвердость покрытия из алюминия составила $46,3 \pm 1,5$ HV_{0,3}. Увеличение концентрации карбида бора в напыляемой смеси и, как следствие, в конечном покрытии приводит к заметному увеличению микротвердости покрытия. Наибольшее значение микротвердости ($72,4 \pm 0,9$ HV_{0,3}) соответствует покрытию с максимальным содержанием карбида бора.

Покрытию из чистого алюминия соответствует самая низкая величина адгезионной прочности – $17,4 \pm 3,6$ МПа. Увеличение концентрации карбида бора в напыляемой смеси приводит к росту величины адгезионной прочности композиционного покрытия. Покрытию, полученному из смеси с максимальной концентрацией карбида бора, соответствует наибольшее значение адгезионной прочности ($61,4 \pm 0,6$ МПа). Такое поведение можно объяснить формированием шероховатости и удалением оксидного слоя на подложке при ударах о ее поверхность керамических частиц, что способствует увеличению площади сцепления и повышению прочности образовавшихся связей частица–подложка. Помимо этого, эффект наклепа отраженными керамическими частицами может способствовать уплотнению структуры покрытия и зоны интерфейса подложка–покрытие, увеличивая адгезионную прочность. Для оценки влияния каждого из этих механизмов на адгезионную прочность покрытий требуется проведение дополнительных экспериментов.

Проведем сравнение полученных в данной работе значений твердости и адгезионной прочности покрытий со значениями, представленными в литературе. В работах [1; 2] из смеси с 21,3 об. % карбида бора были получены покрытия с 12–15 об. % карбида бора, микротвердостью 110–150 HV_{0,3} и адгезионной прочностью 16–19 МПа. В работе [3] покрытие из смеси с 42 об. % карбида содержало 23 об. % карбида и имело твердость 58 HV_{0,2}. В работе [4] доля карбида в покрытии оказалась сравнимой с содержанием его в смеси (около 30 об. %), твердость 164 HV_{0,3}, адгезионная прочность 27 МПа. Величины содержания карбида бора и микротвердости, полученные в настоящей работе, оказались ниже, а величина адгезионной прочности – сопоставима либо выше. Более того, в [1; 2] наблюдалось нетипичное уменьшение адгезионной прочности композитного покрытия, а в [2] – уменьшение твердости по сравнению с алюминиевым покрытием. Возможное объяснение связано с использованием порошков разных производителей, дисперсности и условий напыления.

Заключение

Впервые экспериментально исследовано влияние состава порошковой смеси алюминия и карбида бора на основные свойства ХГН-покрытий. На подложках из нержавеющей стали получена серия покрытий на основе алюминиевой матрицы с равномерно распределенными в ней частицами карбида бора. Показано, что с увеличением концентрации карбида бора в смеси содержание его в покрытии также увеличивается, однако оказывается существенно ниже, чем в смеси. Увеличение концентрации карбида бора в напыляемой смеси (от 0 до 72 об.%) приводит к значительному росту значений микротвердости (от 46,3 до 72,4 HV_{0,3}) и адгезионной прочности (от 17,4 до 61,4 МПа) композиционного покрытия. Полученные результаты могут быть востребованы на практике для управления составом и свойствами композиционных ХГН-покрытий, а также для разработки научно-технологических основ создания защитных покрытий, представляющих интерес для атомной промышленности.

Список литературы

1. **Yandouzi M., Böttger A. J., Hendrikx R. W. A., Brochu M., Richer P., Charest A., Jodoin B.** Microstructure and mechanical properties of B₄C reinforced Al-based matrix composite coatings deposited by CGDS and PGDS process // *Surf. Coat. Techn.* 2010. Vol. 205, no. 7. Pp. 2234-2246.
2. **Yandouzi M., Bu H., Brochu M., Jodoin B.** Nanostructured Al-based metal matrix composite coating production by pulsed gas dynamic spraying process // *J. Therm. Spray Techn.* 2012. Vol. 21, no. 3-4. Pp. 609-619.
3. **Tariq N. H., Gyansah L., Wang J. Q., Qiu X., Feng B., Siddique M. T., Xiong T. Y.** Cold spray additive manufacturing: a viable strategy to fabricate thick B₄C/Al composite coatings for neutron shielding application // *Surf. Coat. Techn.* 2018. Vol. 339. Pp. 224-236.
4. **Huang G., Fu W., Ma L., Li X., Wang H.** Cold spraying B₄C particles reinforced aluminium coatings // *Surf. Eng.* 2019. Vol. 35, no. 9. Pp. 772-783.

References

1. **Yandouzi M., Böttger A.J., Hendrikx R.W.A., Brochu M., Richer P., A Charest., Jodoin B.** Microstructure and mechanical properties of B₄C reinforced Al-based matrix composite coatings deposited by CGDS and PGDS process. *Surf. Coat. Techn.*, 2010, vol. 205, no. 7, pp. 2234-2246.
2. **Yandouzi M., Bu H., Brochu M., Jodoin B.** Nanostructured Al-based metal matrix composite coating production by pulsed gas dynamic spraying process. *J. Therm. Spray Techn.* 2012, vol. 21, no. 34, pp/. 609-619.
3. **Tariq N.H., Gyansah L., Wang J. Q., Qiu X., Feng B., Siddique M. T., Xiong T. Y.** Cold spray additive manufacturing: a viable strategy to fabricate thick B₄C/Al composite coatings for neutron shielding application. *Surf. Coat. Techn.*, 2018, vol. 339, pp. 224-236.
4. **Huang G., Fu W., Ma L., Li X., Wang H.** Cold spraying B₄C particles reinforced aluminium coatings. *Surf. Eng.*, 2019, vol. 35, no. 9, pp. 772-783.

Информация об авторах

Косарев Владимир Федорович, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН
Шикалов Владислав Сергеевич, младший научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН
Фуад Марио Гамил, аспирант, Новосибирский государственный университет

Видюк Томила Максимовна, младший научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН

Клинков Сергей Владимирович, доктор физико-математических наук, член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник, Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН

Information about the Authors

Vladimir F. Kosarev, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Head of Laboratory, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS

Vladislav S. Shikalov, Junior Researcher, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS

Mario G. Fouad, PhD student, Novosibirsk State University

Tomila M. Vidyuk, Junior Researcher, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS

Sergei V. Klinkov, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Corresponding Member of RAS, Principal Researcher, Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS

*Статья поступила в редакцию 26.05.2022; одобрена после рецензирования 13.09.2022;
принята к публикации 13.09.2022*

*The article was submitted 26.05.2022; approved after reviewing 13.09.2022;
accepted for publication 13.09.2022*

Научная статья

УДК 539.231

DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-53-59

Разработка теплопреобразователя на основе аномального фотовольтаического эффекта

**Каримберди Эгамбердиевич Онаркулов¹, Разияхон Абдихаликовна Нурдинова²,
Шохжахон Аброрович Юлдашев³, Аброр Абдувоситович Юлдашев⁴**

^{1,3,4}Ферганский государственный университет
Фергана, Узбекистан

²Ферганский филиал Ташкентского университета информационных технологий
Фергана, Узбекистан

¹konarqulov58@mail.ru

²nurdinovar2016@mail.ru

³shohjahon6566@mail.ru

⁴abror.yuldashev.70@mail.ru

Аннотация

В данной статье разработана оптоэлектронная методика, техника и технология получения стабилизированного электрического поля, в основе которого лежат внешние естественные возобновляемые источники различных типов. Предложено устройство, действующее на основе аномального фотовольтаического эффекта (АФН-эффект), когда тепло человеческого тела преобразуется в электрическое поле. Показано, что используя потенциал такого электрического поля, можно разработать индивидуальные, автономно работающие микроминиатюрные оптоэлектронные приборы различного назначения.

Ключевые слова

АФН-эффект, термоэлектрическое ЭДС, термоэлемент, микроэлектроника, тонкая пленка, теплоноситель, оптоэлектронное устройства, неоднородная поглощения, светоизлучающий диод.

Для цитирования

Онаркулов К. Э., Нурдинова Р. А., Юлдашев Ш. А., Юлдашев А. А. Разработка теплопреобразователя на основе аномального фотовольтаического эффекта // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 53–59.
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-53-59

Development of a Heat Converter Based on the Anomalous Photovoltaic Effect

**Karimberdi E. Onarkulov¹, Raziyaikhon A. Nurdinova², Shokhazhon A. Yuldashev³,
Abror A. Yuldashev⁴**

^{1,3,4}Fergana State University
Fergana, Uzbekistan

²Fergana Branch of the Tashkent University of Information Technologies
Fergana, Uzbekistan

¹konarqulov58@mail.ru

²nurdinovar2016@mail.ru

³shohjahon6566@mail.ru

⁴abror.yuldashev.70@mail.ru

Abstract

In this article, an optoelectronic method, technique and technology for obtaining a stabilized electric field using external, natural renewable sources of various types has been developed. The proposed device operates on the basis of the

© Онаркулов К. Э., Нурдинова Р. А., Юлдашев Ш. А., Юлдашев А. А., 2022

anomalous photovoltaic effect (AFN effect) where the heat of human body is converted into an electric field. It is shown that using the potential of an electric field it is possible to develop individual, autonomously operating micro-miniature optoelectronic devices for various purposes.

Keywords

APV effect, thermoelectric EDS, thermo element, microelectronics, thin film, coolant, optoelectronic device, inhomogeneous absorption, light emitting diode

For citation

Onarkulov K. E., Nurdinova R. A., Yuldashev Sh. A., Yuldashev A. A. Development of a Heat Converter Based on the Anomalous Photovoltaic Effect. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 53–59. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-53-59

Введение

Использование тепла человеческого тела является очень актуальной задачей. Один из вариантов решения этой задачи предложено в данной работе.

Разработанное нами устройство относится к области теплотехники и оптоэлектронной техники и может быть использовано для получения больших стабилизированных электрических полей. Как известно, человеческое тело для поддержания стабильной температуры постоянно излучает определенное количество теплоты. С ее помощью можно получить электрическое поле. Используя такие поля, можно разработать индивидуальные, автономно работающие микроминиатюрные оптоэлектронные приборы бытового и технического назначения. Принцип работы такого прибора связан с возникновением аномально фотовольтаического напряжения в пленках, изготовленных на основе полупроводниковых структур. В настоящее время для производства таких приборов используют следующие материалы: CdTe, GaAs, CuInSe₂ и т. п.

Работа теплопреобразователя (термопреобразователя) основана на использовании термоэлектрических и фотоэлектрических явлений. Электронная теория металлов (полупроводников) объясняет образование термоэлектрического ЭДС при нагреве двух спаянных вместе различных металлов или полупроводников изменением концентрации свободных электронов вследствие разности температур: электроны из более нагретых участков перемещаются к менее нагретым. Согласно этой теории, величина термо-ЭДС определяется по формуле:

$$E_T = \frac{k}{q} \ln \frac{N_A}{N_B} (T_2 - T_1),$$

где k – постоянная Больцмана, равная $1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/градус, N_A и N_B – число свободных электронов в см³ материалов, из которых составлен термоэлемент; T_1 , T_2 – температуры спаев (контактов).

При малых разностях температуры спаев можно считать, что $E_T = \alpha(T_1 - T_2)$, где α – коэффициент, характеризующий свойство спая двух материалов, который называется коэффициентом термо-ЭДС (мкВ/град). Два спаянных разнородных полупроводника (металла) образуют термоэлемент или термопару. Направление тока в термоэлементе зависит от сочетания материалов, образующих его. Принято считать более положительным тот материал, по направлению к которому идет ток в нагретом слое. Для получения максимального КПД термоэлемента необходимы:

- 1) высокое термо-ЭДС α для образования в цепи термоэлемента максимального напряжения;
- 2) большая электропроводность σ для уменьшения потерь;
- 3) малая теплопроводность χ для сохранения максимальной стабильности температур между холодным и горячим спаями.

С помощью вышеперечисленных параметров определяется эффективность термоэлемента:

$$Z = \frac{(\alpha_1 - \alpha_2)^2}{\left(\sqrt{\frac{\chi_1}{\sigma_1}} - \sqrt{\frac{\chi_2}{\sigma_2}} \right)^2}$$

Если $\chi_1 = \chi_2$, $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma$, $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha$, тогда эффективность термоэлемента определяется по формуле

$$Z = \frac{\sigma \cdot \alpha^2}{\chi}$$

С развитием микроэлектроники стали появляться элементы, рассеивающие значительно меньшие мощности – порядка милливатт, микроватт и нановатт. В связи с этим разработана технология вакуумного испарения различных тонкопленочных термоэлементов [1; 2] с хорошими характеристиками. Удельная теплопроводность этих элементов значительно меньше, в то время как термо-ЭДС больше, чем у известных эффективных элементов, а удельное электрическое сопротивление меньше. Тонкие пленки этих материалов наносились путем испарения в вакууме из танталовых лодочек на хорошо очищенную стеклянную подложку при давлении около 10^{-3} мм. рт. ст. Тщательная регулировка условий напыления и последующий отжиг дали возможность получить тонкие пленки типов *n* и *p* с хорошими термоэлектрическими свойствами. На основе этой технологии были изготовлены тонкопленочные термоэлектрические элементы для теплопреобразователя. В качестве подложки использовано тонкопленочное стекло (или слюда) толщиной 20–25 мкм. Ценность материалов, применяемых при конструировании теплопреобразователя, который основан на использовании термоэлектрического эффекта, определяется величиной эффективности $Z = \sigma \cdot \alpha^2 / \chi$. Соединения теллура и селена с различными металлами (например, селениды и теллуриды), обладая почти металлической электропроводностью, дают сравнительно высокую термо-ЭДС.

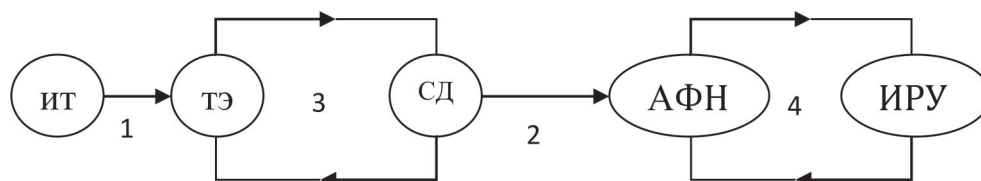
При изготовлении термопреобразователя подложки из тонкорасщепленной слюды или пленочного стекла тщательно отбирают, нарезают, предварительно обезгаживают и покрывают по краям серебрянными контактами. Тонкопленочные термоэлементы преобразователя можно наносить одновременно или последовательно. Одновременное нанесение элементов удобно, когда температуры испарения обоих материалов преобразователя примерно одинаковы. Готовый термопреобразователь покрывается защитным лаком.

Для реализации предлагаемого устройства помимо термоэлемента нужен так называемый АФН-элемент, представляющий собой специальную АФН-структуру, обладающую АФН-эффектом [1]. При освещении неоднородного полупроводника могут возникать аномально высокие фотонапряжения (АФН-эффект), превышающие ширину запрещенной зоны соответствующего полупроводника. Эффект объясняется сложением элементарных фотонапряжений при последовательном включении ряда барьеров (или для микрообластей). Этот эффект наблюдается и в квазиоднокристаллических, и в полукристаллических, и в аморфных неоднородных структурах различных полупроводников и диэлектриков. Для всех АФН-структур характерны высокоомность, неоднородность, оптикоанизотропность, супермногослойность и высокая аномальность фотовольтаических свойств. В тонкопленочных структурах АФН-элементов наблюдается неоднородное поглощение света, связанное с неоднородным освещением поверхности пленки.

Для предлагаемого устройства АФН-структура изготавливается в виде тонкой пленки. Технологический режим ее получения зависит от большого числа параметров, таких как: температура испарителя и подложки, угол напыления, толщина пленки, состав и давление остаточных газов в вакуумной камере, условия термической обработки пленок после напыления.

Отметим, что АФН-пленки получаются только при косом напылении на подложку. Между испарителем и подложками в вакуумной камере была установлена шторка, перемещаемая с помощью электромагнитного привода параллельного поверхности источника. Изменяя скорость перемещения шторки и наклон подложки по отношению к оси молекулярного пучка, можно независимо управлять угловой анизотропией напыления и градиентом толщины пленок, получая, в частности, пленки постоянной толщины. При анизотропном напылении достигается оптикоанизотропность поверхности пленки, которая необходима неоднородной освещаемой поверхностной области пленки. В связи с этим наблюдается поверхностно неоднородное поглощение света, вследствие которого мы наблюдаем АФН-эффект [2]. Для создания предлагаемого нами устройства, помимо основных элементов (термо- и АФН-элементы), нужны еще и вспомогательные. Так как устройство работает по оптоэлектронному принципу, в блок схеме преобразователя задействован тепловой блок, электрически связанные блоки и основной оптический блок, работающий за счет фотонного контура (канал). Тепловой блок состоит из источника тепла, среды с высокой теплопроводностью (теплоносителя) и высокочувствительного термоэлемента (термобатареи). Термоэлемент и светодиод составляют электрический контур. На этом электрическом контуре в качестве вспомогательного элемента при необходимости используется согласующее звено. Оптический блок устройства представляет собой элементарный оптрон, состоящий из светодиода и цветоведа АФН-элемента (приемник ОИ), между которыми имеется оптическая связь (при помощи фотона), обеспечивающий электрическую изоляцию между элементами оптоэлектронного устройства.

На рисунке представлена принципиальная блок схема оптоэлектронного теплопреобразователя.



Блок-схема оптоэлектронного теплопреобразователя. ИТ – источник тепла (человеческое тело); 1 – теплоноситель; ТЭ – термоэлемент; СД – светоизлучающий диод; 2 – световод; АФН – фотоприемник генераторного типа; ИРУ – исполнительное рабочее устройство; 3, 4 – соответствующие вспомогательные (согласующие) элементы электрических контуров устройства

Block diagram of an optoelectronic heat converter. ИТ—heat source (human body); 1—coolant; ТЭ—thermoelement; СД—light emitting diode; 2—light guide; АФН—generator-type photodetector; ИРУ—executive working device; 3, 4—the corresponding auxiliary (matching) elements of the electrical circuits of the device

Принцип работы устройства

Из источника тепла (ИТ) посредством теплоносителя (1) тепловой поток поступает на термоэлемент (ТЭ). На термоэлементе возникает термоток. Он проходит через электрический контур согласующего звена (3) и через светоизлучающий диод (СД). Последний представляет собой световой генератор с электрическим питанием. В светодиоде электрическая энергия термотока превращается в энергию светового потока. Он в свою очередь при помощи цветоведа (4) поступает на фотоприемник генераторного типа (АФН). Фотоприемник АФН – электрический генератор со световым питанием. При освещении АФН фотоприемник генерирует аномально высокое фотонапряжение. Такие фотоприемники изготавливаются из оптикоанизотропного полупроводникового материала. Для промышленной реализации проекта можно использовать тонкопленочную вакуумную технологию. Эпитаксиальное выращивание тонкопленочных структур это одностадийный, полностью автоматический процесс. Аномально вы-

ское фотонапряжение через электрическую цепь вспомогательных элементов (4) поступает на исполнительное рабочее устройство (ИРУ).

Известны оптоэлектронные устройства для получения электрического поля [3; 4], действующие на основе внешнего источника питания. Основным недостатком таких устройств в цепях ИС и ФП становится сам источник электрического питания. Подобные устройства на основе ИС предложены в работах [5; 6], однако и в них энергонезависимость не обеспечена. Устройства не могут работать автономно.

В работе [7] предложен механизм фотоэлектрического разделения зарядов, который работает на расстояниях 1–2 нм и создает напряжения, значительно превышающие ширину запрещенной зоны. Разделение происходит на не наблюдавшихся ранее наноразмерных ступенях электростатического потенциала, которые естественным образом возникают на стенках сегнетоэлектрических доменов в сложном оксиде BiFeO_3 . Управление электрическим полем над доменной структурой позволяет изменить полярность фотогальванического эффекта или отключить его. Эта новая степень контроля и создаваемые высокие напряжения могут найти применение в оптоэлектронных устройствах. Предложенные устройства схожи с нашей разработкой, но, согласно работе [7], их автономность так же не обеспечена.

В работе [8] предложен способ изготовления фотогенератора, работающего за счет аномального фотовольтаического эффекта. Однако в этой работе закономерность поглощения, отражения и пропускания света посредством полупроводника не учтено. Поэтому, согласно современной теории фотоэффекта, результаты, предложенные в работе, на практике не реализуются, теория АФН-эффекта отрицает результаты, предложенные в [8].

Основное достоинство и отличие нашего устройства от остальных –использование в качестве источника энергии тепла человеческого тела. С его помощью создаются большие электрические поля. Используя такие устройства можно создать различные миниатюрные приборы индивидуального пользования, не требующие источников электрической энергии.

Выводы

В спроектированном нами устройстве для получения больших электрических полей через теплоноситель тепло человеческого тела поступает на термоэлектрический элемент, в котором возникает термоэлектрический ток. Этот ток через электрический контур поступает в светоизлучающий диод. Он представляет собой световой генератор с электрическим питанием. Световой поток через оптический канал передается на специальный АФН-фотоприемник, где световой сигнал преобразуется в большой электрический потенциал. АФН-фотоприемник представляет собой электрический генератор с оптическим питанием. В АФН-фотоприемнике первичным процессом является фототок: он проходит через высокоомное сопротивление АФН-фотоприемника из аномально высокого фотонапряжения. Поэтому АФН-фотоприемник как источник высокого напряжения работает только на высокоомную диэлектрическую нагрузку. Соответственно, она является источником больших электрических полей. Сила тока в АФН-фотоприемниках составляет порядка $< 10^{-10}$ А.

Список литературы

1. **Найманбоев Р., Собиров С. С., Нурдинова Р. А., Тохиров М.** О природе АФН-эффекта в полупроводниковых пленках теллурида меди и индия // *Uzbek Journal of Physics*, 2012. Т. 14, № 5, 6. С. 311–315.
2. **Касимахунова А. М., Найманбаев Р., Нурдинова Р. А., Мамадалиева Л. К., Олимов Ш. А.** Исследования некоторых явлений в АФН-структурах с изовалентными примесями для разработки приборов и устройств для неразрушающего контроля и измерения // *Computational nanotechnology*, 2018. № 2. С. 72–76.

3. Касимахунова А. М., Найманбаев Р., Нурдинова Р. А., Мамадалиева Л. К., Олимов Ш. А. Квантовый генератор с оптическим питанием. Авторское свидетельство № ЕС-01-001725. Германия, 2018.
4. Матбабаева Ш. М. и др. Фотопроводимость пленок из CdTe:B:Ag с аномальным фотовольтаическим свойствам // ФерПИ, НТЖ, 2002. № 4. С. 7–14.
5. Мирзаева З. И., Набиев Г. А., Эргашов К. М. Фотоэлектретное состояние без внешнего поляризующего поля в однородных полупроводниках // ФИП, 2008. Т. 6, № 1–2. С. 65–69.
6. Козлов В. Л. Оптоэлектронные датчики. Минск, БГУ, 2005.
7. Yang J., Seidel S., Byrnes J., Shafer P., Yang C.-H., Rossell M. D., Yu P., Chu Y.-H. Above-bandgap voltages from ferroelectric photovoltaic devices. 2009. P. 451. doi: 10.1038/nnano
8. Рахимов Н.Р. Способ получения фотогенераторов. Патент Республики Узбекистан № IAP 02610, 2005.

References

1. Najmanboev R., Sobirov S. S., Nurdinova R. A., Tohirov M. On the Nature of the APV Effect in Copper and Indium Telluride Semiconductor Films. *Uzbek Journal of Physics*, 2012, vol. 14, no. 5, 6, pp. 311–315. (in Russ.)
2. Kasimahunova A. M., Najmanbaev R., Mamadalieva L. K., Nurdinova R. A., Olimov Sh. A. Investigations of some phenomena in APV-structures with isovalent impurities for the development of instruments and devices for non-destructive testing and measurement. *Computational nanotechnology*, 2018, no. 2, pp. 72–75. (in Russ.)
3. Kasimahunova A. M., Najmanbaev R., Nurdinova R. A., Mamadalieva L. K., Olimov Sh. A. Optical powered quantum generator. License no. ES-01-001725. Germany, 2018.
4. Matbabaeva Sh. M. et al. Photoconductivity of films made of CdTe: B: Ar with anomalous photovoltaic property. *FerPI*, 2002, no. 4. p. 7. (in Russ.)
5. Mirzaeva Z. I., Nabiev G. A., Ergashov K. M. Photoelectric state without an external polarizing field in homogeneous semiconductors. *FIP*, 2008, vol. 6, no. 1–2, pp. 65–69 (in Russ.)
6. Kozlov V. L. Optoelectronic sensors. Minck, BSU, 2005, p.116. (in Russ.)
7. Yang J., Seidel S., Byrnes J., Shafer P., Yang C.-H., Rossell M. D., Yu P., Chu Y.-H. Above-bandgap voltages from ferroelectric photovoltaic devices. 2009, p. 451. doi: 10.1038/nnano.
8. Rahimov N. R. Method for obtaining photogenerators. Patent of the Uzbekistan Republic no. IAR 02610, 2005. (in Russ.)

Информация об авторах

Онаркулов Каримберди Эгамбердиевич, профессор Ферганского государственного университета

Нурдинова Разияхон Абдихаликовна, доцент Ферганского филиала Ташкентского университета информационных технологий

Юлдашев Шохжохон Аброрович, докторант Ферганского государственного университета

Юлдашев Аброр Абдуситович, преподаватель Ферганского государственного университета

Information about the Authors

Karimberdi E. Onarkulov, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Fergana State University

Raziyakhon A. Nurdinova, Doctor of Philosophy in Engineering Sciences (PhD), Associate Professor, Fergana branch of Tashkent University of Information Technologies

Shokhzhakhon A. Yuldashev, doctoral candidate, Fergana State University

Abror A. Yuldashev, university lecturer, Fergana State University

*Статья поступила в редакцию 05.04.2022; одобрена после рецензирования 01.09.2022;
принята к публикации 01.09.2022*

*The article was submitted 05.04.2022; approved after reviewing 01.09.2022;
accepted for publication 01.09.2022*

Уважаемые читатели журнала!

Следуя объявленной в первом выпуске 17-го тома СФЖ серии статей, посвященных 60-летию физического факультета НГУ, в учебно-методическом разделе третьего выпуска данного тома журнала мы продолжаем публиковать информационные материалы, в которых отражено состояние подготовки научно-инженерных кадров на кафедре аэрофизики и газовой динамики, кафедре нанокompозитных материалов, а также в АТИЦ «Высокие технологии и наноструктурированные материалы» ФФ НГУ и ЦКП «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ».

А. В. Аржанников
главный редактор журнала

Учебно-методическая статья
УДК 532
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-61-65

Кафедра аэрофизики и газовой динамики физического факультета Новосибирского государственного университета

Василий Михайлович Фомин

Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН
Новосибирск, Россия
fomin@itam.nsc.ru

Аннотация

В статье рассказывается о кафедре аэрофизики и газовой динамики физического факультета Новосибирского государственного университета, базирующейся в Институте теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН.

Ключевые слова

гидродинамическая устойчивость, турбулентность, высокоскоростная аэрогидромеханика, горение, низкотемпературная плазма

Для цитирования

Фомин В. М. Кафедра аэрофизики и газовой динамики физического факультета Новосибирского государственного университета // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 61–65. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-61-65

Chair of Aerophysics and Gas Dynamics of the Physics Department at Novosibirsk State University

Vasily M. Fomin

Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS
Novosibirsk, Russia
fomin@itam.nsc.ru

Abstract

The article is dedicated to the Chair of Aerophysics and Gas Dynamics of the Physics Department of Novosibirsk State University based at the Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS.

Keywords

hydrodynamic stability, turbulence, high-speed aerohydrodynamics, combustion, low-temperature plasma

For citation

Fomin V. M. Chair of Aerophysics and Gas Dynamics of the Physics Department at Novosibirsk State University. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 61–65. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-61-65

Краткая характеристика кафедры, ее история и сегодняшний день

Выдающийся российский ученый, действительный член РАН С. А. Христианович, имя которого носит базовый институт кафедры, был одним из организаторов не только Сибирского отделения РАН, но и Новосибирского государственного университета и физического факультета. В 1959 г. им была основана кафедра газовой динамики на естественном факультете НГУ, из которого впоследствии выделился физический факультет. Первые защиты дипломных работ на нем состоялись в декабре 1963 г., и председателем ГЭК был С. А. Христианович. В подго-

© Фомин В. М., 2022



Рис. 1. Академик АН СССР

С. А. Христианович

Fig. 1. Academician of the
Russian Academy of Sciences of
the USSR

S. A. Khristianovich

товке первых выпускников кафедры принимали участие ученые как из ИТПМ СО РАН, так и из ИТ СО РАН (кафедра теплофизики во главе с чл.-корр. РАН И.И. Новиковым была создана в 1962 г.). Так, курс газовой динамики читался С. А. Христиановичем, а курс по турбулентности – А. И. Леонтьевым и С. С. Кутателадзе (впоследствии действительными членами РАН).

В 1966 г. ИТПМ СО РАН и кафедру возглавил чл.-корр. РАН В. В. Струминский (впоследствии действительный член РАН). В это время исследования в области аэрогидромеханики получили (в базовом для кафедры Институте теоретической и прикладной механики) новый импульс в направлении развития аэрокосмических исследований. В связи с вводом в строй уникальных экспериментальных установок – аэродинамических труб – открылась возможность проводить фундаментальные исследования в области гидродинамической устойчивости и турбулентности. Также начались исследования, посвященные динамике разреженного газа.

Очередной этап в эволюционном развитии кафедры связан с 1970 г., когда директором Института стал чл.-корр. РАН Р. И. Солоухин. К исследованиям по гидродинамической устойчивости и турбулентности, высокоскоростной аэрогидромеханике, горению и низкотемпературной плазме добавилось новое направление в области физической кинетики: газодинамические лазеры и исследования физики низкотемпературной плазмы. Это предопределило изменение в наименовании кафедры. Она получила название кафедры физической кинетики, что отражало основную специализацию выпускников кафедры по физической кинетике в широком смысле – от макроскопической кинетики (газовой динамики и аэрогидромеханики вязкого газа) до кинетики плазмы. К этому времени рейтинг кафедры на физическом факультете был одним из самых высоких. Это были годы, когда здесь училось целеустремленное поколение будущих талантливых исследователей, успешно реализовавших впоследствии знания и опыт первых самостоятельных исследований, приобретенные за годы учебы.

В 1976 г. кафедру возглавил акад. Н. Н. Яненко, и направление подготовки специалистов высокой квалификации в области высокотемпературной газовой динамики, теории гидродинамической турбулентности, космической плазмы, физики лазерных систем горения, плазмы твердого тела стало основным на кафедре. В это время была ясно осознана необходимость обучения студентов основам компьютерного моделирования с привлечением современных вычислительных методов. Тогда же в институте был создан современный вычислительный центр с хорошим набором ЭВМ, и несколько позже (совместно с кафедрой аэродинамики НГТУ) компьютерный класс, что позволило студентам выполнять курсовые и дипломные работы с использованием ЭВМ и получать навыки в решении практических задач, выдвигаемых отраслевыми НИИ.

В восьмидесятих годах кафедру возглавляли чл.-корр. РАН В. Г. Дулов, а затем проф. В. К. Баев. К этому времени в числе базовых курсов на кафедре читались: физическая кинетика, газовая динамика и динамика вязкого газа, физика процессов горения, гидродинамическая турбулентность, методы аэрофизического эксперимента. В это же время было принято решение знакомить студентов третьего курса с основными проблемами фундаментального и прикладного характера, которые были предметом научных исследований в базовом ИТПМ СО РАН. Так на кафедре впервые возник курс «Введение в специальность», который первоначально читался заведующим кафедрой. К этому времени основное направление подготовки специалистов на кафедре уже сконцентрировалось на области аэрофизики и газовой динамики, вследствие

чего по рекомендации физического факультета в 1987 г. кафедра была переименована в кафедру аэрофизики и газовой динамики.

С 1991 г. в течение десяти лет кафедрой руководил проф. А. Ф. Курбацкий. Курс «Введение в специальность» был преобразован в курс «Проблемы аэрофизики», что в большей степени отвечало задаче ознакомления студентов с современными проблемами аэрофизики и их решением в базовом ИТПМ СО РАН.

Основные курсы аэрогидромеханического направления были модернизированы согласно новым достижениям науки. В этот период был существенно переработан и дополнен курс «Методы аэрофизического эксперимента». С новых позиций студентам излагались методы визуализации физической структуры течений, автоматизации обработки измерений с привлечением компьютерных технологий. Отдельно начал читаться курс оптических методов исследования газовых и плазменных потоков.

Несмотря на это трудное для российской науки и высшего образования время, преподавание на кафедре по-прежнему оставалось на высоком научном уровне благодаря самоотверженной работе всего профессорско-преподавательского коллектива кафедры.

С 2002 г. кафедрой руководит чл.-корр. РАН (а теперь академик РАН) В. М. Фомин – специалист в области механики сплошных сред и машиностроения.

В это время в институте был запущен новый корпус, в котором размещены уникальные по своим параметрам аэродинамические установки для исследования течений газа при реальных условиях полета летательных аппаратов, газодинамические, лазерные установки для исследования различных технологических задач. Все эти приборы уникальны и позволяют выполнять студентам работы на мировом уровне. Существенно обновилось оборудование, позволяющее проводить исследования по холодному газодинамическому напылению в сочетании с лазерным излучением, которые в мировой научной литературе принято называть селективным лазерным спеканием (СЛС). Результаты этих исследований анализируются с помощью синхротронного излучения на установках ИЯФ СО РАН, что позволит студентам в будущем работать на создаваемой мегасайнс-установке СКИФ.

В настоящее время система подготовки студентов двухуровневая: первая ступень – основное базовое четырехлетнее образование, которое завершается защитой квалификационной дипломной работы; вторая – двухгодичная магистратура с защитой магистерской диссертации. Выпускники кафедры, имеющие соответствующий проходной балл и рекомендацию при защите магистерской диссертации, поступают в аспирантуру базового института или кафедры.

За время существования кафедры на ней специализировались и защитили дипломные работы более 300 студентов, из них 50 защитили кандидатские, а 15 – докторские диссертации (10 из них работают в базовом институте). Дипломные работы студентов кафедры отмечались неоднократно дипломами «За лучшую студенческую работу». Среди выпускников кафедры есть лауреаты Государственных премий и премии Правительства СССР и РФ, медалей им. проф. Н. Е. Жуковского, медалей Российской академии наук для молодых ученых и студентов ВУЗов России.

Специализация

Учебная программа включает курсы по теоретической аэрогидромеханике, динамике вязкого газа, вычислительной аэрогидродинамике, физической газовой динамике, методам аэрофизического эксперимента, современным проблемам теории устойчивости и турбулентности. Студенты кафедры начиная с третьего курса в обязательном порядке проходят практику в лабораториях базового института на современных аэродинамических установках, что позволяет им



Рис. 2. Академик РАН
В. М. Фомин

Fig. 2. Academician
of the Russian Academy
of Sciences V. M. Fomin

обдуманно выбрать специализацию и последующее направление работы. Следует отметить, что выпускники кафедры не являются узкими специалистами. Знания, полученные во время обучения, позволяют им работать в различных научно-исследовательских центрах аэро-, гидро- и теплофизического профиля, агентствах по охране и мониторингу окружающей среды, а также в государственных и частных фирмах, занимающихся разработкой новых технологий и аппаратов энергетики, авиационно-космической техники, нефтегазовой отрасли.

Уровень полученного образования позволяет продолжить дальнейшее обучение в аспирантуре базового института или кафедры, а также в ведущих аэрогазодинамических центрах мира.

Научные направления

Научная работа и специализация студентов, магистрантов и аспирантов кафедры тесно связаны с основными направлениями базового Института теоретической и прикладной механики СО РАН:

- математическим моделированием в механике;
- аэрогазодинамикой;
- физико-химической механикой.

В подготовке студентов участвуют практически все научные сотрудники Института, в том числе один академик, четыре члена-корреспондента РАН, 63 доктора наук и 113 кандидатов наук. Наличие высококвалифицированного научного и инженерно-технического персонала, а также сочетание экспериментальных и вычислительных методов позволяют Институту успешно решать на мировом уровне многие фундаментальные и практические задачи современной аэрогазодинамики. Все преподаватели кафедры одновременно являются научными сотрудниками, активно работающими в области аэрогазодинамики, что обеспечивает высокий уровень преподавания.

Для обеспечения работ в области математического моделирования задач физической газовой динамики Институт имеет централизованные информационно-вычислительные ресурсы:

- высокопроизводительный вычислительный сервер на основе процессора ALPHA;
- многопроцессорную параллельно-вычислительную систему MBC-1000 (16 процессоров);
- параллельный графический кластер для визуализации результатов численных расчетов, выполненных на многопроцессорных ЭВМ;
- выход на удаленные параллельные вычислительные ресурсы (Сибирский суперкомпьютерный центр СО РАН, межведомственный суперкомпьютерный центр РАН и др.);
- мультимедиа центр с базами данных.

Каждая лаборатория имеет собственные средства компьютерной техники и доступ к централизованным компьютерным ресурсам института.

Экспериментальная база

В ИТПМ СО РАН функционирует комплекс аэродинамических труб и газодинамических установок, который охватывает диапазоны чисел Маха от 0,01 до 25 и чисел Рейнольдса от 104 до 108. Создана уникальная аэродинамическая труба адиабатического сжатия с мультипликаторами давления, в которой обеспечиваются натурные числа Рейнольдса, чистый поток с постоянными параметрами и достаточной продолжительностью рабочего режима.

Для обеспечения экспериментальных работ в области новых технологий в Институте созданы:

- автоматизированные лазерно-технологические комплексы. Эти комплексы имеют в основе CO₂ лазеры с мощностью излучения 1 ÷ 15 кВт и предназначены для исследований в области лазерной резки, сварки и упрочнения поверхностей;

- стенд холодного газодинамического напыления и плазменного напыления;
- стенд для исследования многофункциональных газодинамических машин трения и др.

Международное признание Института выражается в сотрудничестве с рядом университетов и научных центров в более чем двадцати странах мира. В 1991 г. при Институте в рамках открытой лаборатории начал функционировать Международный центр аэрофизических исследований. С 1997 г. Институт является членом Международной ассоциации сверхзвуковых аэродинамических труб.

Заключение

Студенты первого и второго курсов НГУ при выборе кафедры имеют возможность ознакомиться с информацией о базовом институте на сайте: <http://www.itam.nsc.ru>, а также на экскурсии. В программу входит презентация базовых лабораторий института, беседа с заведующим кафедрой аэрофизики и газовой динамики, а также с ведущими и молодыми учеными, экскурсия по экспериментальным установкам.



Рис. 3. Малотурбулентная аэродинамическая труба дозвуковых скоростей Т-324

Fig. 3. Subsonic low-turbulent wind tunnel T-324



Рис. 4. Лазерный комплекс для аддитивных технологий

Fig. 4. Laser complex for additive technologies

Сведения об авторе

Фомин Василий Михайлович, академик РАН, доктор физико-математических наук, профессор, Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН (Новосибирск, Россия)

Information about the Author

Vasily M. Fomin, Academician of RAS, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor (Novosibirsk, Russian Federation)

Статья поступила в редакцию 25.11.2021; одобрена после рецензирования 10.06.2022; принята к публикации 22.06.2022

The article was submitted 25.11.2021; approved after reviewing 10.06.2022; accepted for publication 22.06.2022

**Аналитический и технологический исследовательский центр
«Высокие технологии и наноструктурированные материалы»
ФФ НГУ: история, становление и достигнутые результаты**

**Павел Викторович Гейдт¹, Андрей Васильевич Аржанников²
Александр Леонидович Асеев³, Александр Андреевич Шкляев⁴
Владимир Алексеевич Володин⁵, Иван Алексеевич Азаров⁶
Владимир Иванович Зайковский⁷, Дмитрий Евгеньевич Уткин⁸
Юрий Васильевич Ларичев⁹, Сергей Юрьевич Чепкасов¹⁰
Сергей Александрович Кузнецов¹¹**

¹⁻¹¹Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

²Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН
Новосибирск, Россия

^{3-6,8,11}Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН
Новосибирск, Россия

^{7,9}Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН
Новосибирск, Россия

¹p.geydt@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3266-826X>
²arzhannikov@phys.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8074-9737>
³a.aseev@nsu.ru

⁴a.shklyayev@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7271-3921>

⁵v.volodin@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1431-8242>

⁶i.azarov@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9571-2227>

⁷v.zaikovskii@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6590-7242>

⁸d.utkin@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9510-5427>

⁹i.larichev@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1172-7515>

¹⁰s.chepkasov@post.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9462-0259>

¹¹sakuznetsov@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1627-8125>

Аннотация

В работе приведена информация об истории образования, становлении, основных направлениях деятельности и результатах работы Аналитического и технологического исследовательского центра физического факультета Новосибирского государственного университета (АТИЦ ФФ НГУ) за 15 лет существования. Основными направлениями физических исследований являются: современное материаловедение, наноматериалы, нанотехнологии и технологические процессы, экспериментальная диагностика структур и веществ, компьютерное моделирование низкоразмерных структур, улучшение характеристик элементов и устройств полупроводниковой электроники, поиск материалов для систем хранения и передачи цифровой информации, исследование и разработка технологии получения низкоразмерных полупроводниковых систем, катализаторов, метаматериалов и органических материалов для электроники, исследование материалов и систем терагерцовой электроники. Благодаря организации в структуре Центра коллективного пользования «Высокие технологии и аналитика наносистем» (ЦКП «ВТАН») АТИЦ успешно сотрудничает с научными, образовательными организациями и предприятиями реального сектора экономики России, Сибирского региона и сопредельных стран. Основной объем научных исследований выполняется сотрудниками молодежной Лаборатории функциональной диагностики низкораз-

© Гейдт П. В., Аржанников А. В., Асеев А. Л., Шкляев А. А., Володин В. А., Азаров И. А.,
Зайковский В. И., Уткин Д. Е., Ларичев Ю. В., Чепкасов С. Ю., Кузнецов С. А., 2022

мерный структур для нанoeлектроники (ЛабФДНС), что способствует вовлечению обучающихся и молодых сотрудников НГУ в выполнение актуальных и востребованных научно-исследовательских работ, и это обеспечивает им высокий уровень подготовки по избранным направлениям.

Ключевые слова

материаловедение, нанотехнологии, материалы для систем передачи и хранения информации, терагерцовое излучение, методы диагностики материалов, ЦКП

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ, проект FSUS-2020-0029. Авторы отмечают, что представленные в данной работе материалы получены в исследованиях на оборудовании ЦКП «ВТАН» НГУ, поддержанным Минобрнауки России по соглашению № 075-12-2021-697. Авторы признательны партнёрам в ОНЦ СО РАН за предоставление образцов и проведение совместных НИР. Особая благодарность сотрудникам АТИЦ и ЦКП «ВТАН» НГУ, коллегам в ИФП СО РАН, ИК СО РАН и ИЯФ СО РАН за предоставление текстовых и иллюстративных материалов для формирования данной публикации. Выражаем благодарность за неоценимую поддержку в работе и становлении отдела АТИЦ: ректору НГУ академику РАН Федоруку М. П., проректору по НИД НГУ д-ру физ.-мат. наук Чуркину Д. В., декану ФФ д-ру физ.-мат. наук Блинову В. Е. и зам. декана ФФ д-ру физ.-мат. наук Цыбуле С. В., а также декану ФФ в 2010–2018 гг. академику РАН Бондарю А. Е. и ректорам НГУ академику РАН Диканскому Н. С. (1997–2007) и д-ру хим. наук Собянину В. А. (2007–2012).

Для цитирования

Гейдт П. В., Аржанников А. В., Асеев А. Л., Шкляев А. А., Володин В. А., Азаров И. А., Зайковский В. И., Уткин Д. Е., Ларичев Ю. В., Чепкасов С. Ю., Кузнецов С. А. Аналитический и технологический исследовательский центр «Высокие технологии и наноструктурированные материалы» ФФ НГУ: история, становление и достигнутые результаты // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 66–88. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-66-88

Analytical and Technological Research Center “High Technologies & Nanostructured Materials”: History, Formation and Achieved Results

Pavel V. Geydt¹, Andrey V. Arzhannikov², Alexander L. Aseev³,
Alexander A. Shklyayev⁴, Vladimir A. Volodin⁵, Ivan A. Azarov⁶, Vladimir I. Zaikovskii⁷,
Dmitry E. Utkin⁸, Yuri V. Larichev⁹, Sergey Y. Chepkasov¹⁰, Sergey A. Kuznetsov¹¹

^{1–11}Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russia

²Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS
Novosibirsk, Russia

^{3–6,8,11}Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS
Novosibirsk, Russia

^{7,9}Boreskov Institute of Catalysis SB RAS
Novosibirsk, Russia

¹p.geydt@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3266-826X>
²arzhannikov@phys.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8074-9737>

³a.aseev@nsu.ru

⁴a.shklyayev@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7271-3921>

⁵v.volodin@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1431-8242>

⁶i.azarov@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9571-2227>

⁷v.zaikovskii@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6590-7242>

⁸d.utkin@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9510-5427>

⁹i.larichev@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1172-7515>

¹⁰s.chepkasov@post.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9462-0259>

¹¹sakuznetsov@nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1627-8125>

Abstract

The article provides information about the history of formation, development, main recent activities and achieved results of the Analytical and Technological Research Center of the Faculty of Physics of Novosibirsk State University (ATRC NSU) during its 15 years of operation. The main areas of physical research are: modern materials science, nanomaterials, nanotechnologies and technological processes, experimental diagnostics of structures and substances, development

of methods for nanostructures fabrication, computer simulation of low-dimensional structures, improvement of the characteristics of solid-state semiconductor electronics, search for materials for storage and transfer of digital information, study of technological properties of low-dimensional semiconductors, catalysts, metamaterials and organic optoelectronics, study of materials and systems for terahertz electronics. Due to the organization of the Shared Research Facilities “High Technologies and Analytics of Nanosystems” (CCU “VTAN”) within the structure, ATRC successfully cooperates with scientific and educational organizations and with industrial companies of the real sector of the economy in the Siberian region, Russia and neighboring countries. The main part of scientific research is carried out by the staff of the youth Laboratory of Functional Diagnostics of Nanoscale Systems for Nanoelectronics (LabFDNS) that contributes to the involvement of students and young employees of NSU into the implementation of relevant in-demand research work, and thus provides them with a high level of training in their chosen specialty.

Keywords

materials science, scientific management, nanotechnologies, information storage, information transmission, terahertz radiation, shared core facilities, methods of material diagnostics

Funding

The work was supported by the project of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation FSUS-2020-0029. The authors are grateful to the shared research facilities “VTAN” of Novosibirsk State University supported by the Agreement no. 075-12-2021-697 for providing access to the equipment. We are grateful to the colleagues at the Omsk Scientific Center of SB RAS for providing samples and conducting joint research, to the staff of ATRC/CCU “VTAN” NSU and colleagues at the Rzhannov Institute of Semiconductor Physics SB RAS, Boreskov Institute of Catalysis SB RAS and Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS for providing materials for this publication. We appreciate the invaluable support in our work and establishment of the ATRC department of: the NSU Rector, the Academician of RAS M. P. Fedoruk, Vice-rector for Scientific Research, Sc.D. in Physics and Mathematics D. V. Churkin, Dean of the Faculty of Physics, Sc.D. in Physics and Mathematics V. E. Blinov and Deputy Dean of the Faculty of Physics, Sc.D. in Physics and Mathematics S. V. Tsybulya, as well as the Academician of RAS A. E. Bondar (Dean of the Faculty of Physics in 2010–2018), the Academician of RAS N. S. Dikansky (Rector of NSU in 1997–2007) and Sc.D. in Chemistry V. A. Sobyenin (the NSU Rector in 2007–2012).

For citation

Geydt P. V., Arzhannikov A. V., Aseev A. L., Shklyayev A. A., Volodin V. A., Azarov I. A., Zaikovskii V. I., Utkin D. E., Larichev Yu. V., Chepkasov S. Y., Kuznetsov S. A. Analytical and Technological Research Center “High Technologies & Nanostructured Materials”: History, Formation and Achieved Results. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 66–88. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-66-88

Введение: история создания и развитие инфраструктуры

История создания и развития Аналитического и технологического исследовательского центра (АТИЦ) берет начало в 2007 году. На конкурс Министерства образования и науки РФ по развитию классических университетов в рамках приоритетного направления развития науки, технологий и техники Российской Федерации «Индустрия наносистем и материалы» был заявлен проект, направленный на создание в НГУ принципиально нового исследовательского центра в области нанотехнологий и наук о наноматериалах. В этом проекте предусматривалась полномасштабная реконструкция правого крыла главного корпуса НГУ (ныне корпус ФФ НГУ) и пристройки к корпусу Высшего колледжа информатики НГУ. Поданная от НГУ заявка с описанием проекта была одобрена к финансированию объемом около 1 млрд рублей, из которых более половины было израсходовано на закупку современного научно-исследовательского оборудования диагностической и технологической направленности.

По результатам выполнения указанного проекта уже в конце 2007 года на отремонтированных площадях было размещено закупленное оборудование и открыт научно-образовательный комплекс «Наносистемы и современные материалы» (НОК НСМ). А. В. Аржанников (д-р физ.-мат. наук, декан ФФ НГУ в 2000–2010 годах), руководитель коллектива, составившего заявку на выполнение данного проекта, возглавил этот отдел в должности директора НОК НСМ. Значительный вклад в разработку этого проекта внесли кандидаты физ.-мат. наук Зарвин А. Е., Мадирбаев В. Ж. и Аржанникова С. А., которые в дальнейшем обеспечивали высокоэффективную организационную работу по становлению и развитию НОК НСМ. В последующие годы были продолжены работы по закупке, монтажу и пуско-наладке оборудования и приборов, размещаемых в НОК НСМ, при поддержке правительства Российской Федерации и Администрации Новосибирской области, контролировавших становление НОК НСМ и процесс обнов-

ления НГУ (рис. 1а). Внимание и поддержку организации АТИЦ оказал нобелевский лауреат (премия по физике 2000 года) Ж. И. Алфёров, избранный почетным доктором НГУ 10 апреля 2007 г. и вновь посетивший АТИЦ 25 ноября 2011 г. (рис. 1б). Направления развития полупроводниковой электроники, в частности, ее практическое развитие в РФ и научные основы полупроводниковых гетероструктур были заложены этим выдающимся отечественным физиком. Базовые работы Ж. И. Алфёрова приведены в ссылках [1–3].

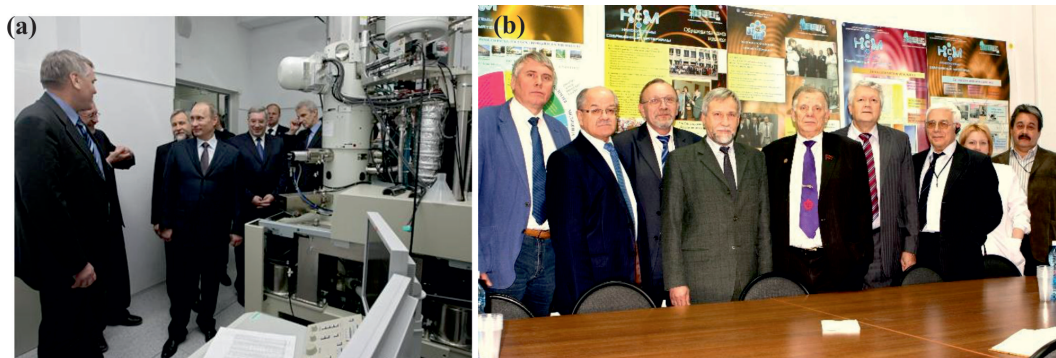


Рис. 1. (а) Визит В. В. Путина в АТИЦ НГУ 8 апреля 2010 г. Слева направо: заведующий кафедрой физики полупроводников ФФ НГУ А. В. Латышев, ректор НГУ В. А. Собянин, директор НОК НСМ А. В. Аржанников, премьер-министр РФ В. В. Путин, губернатор НСО В. А. Толоконский, министр образования и науки РФ А. А. Фурсенко; (б) Визит Ж. И. Алфёрова 24 ноября 2011 г. Слева направо: член-корр. РАН А. В. Латышев, вице-губернатор НСО Г. А. Сапожников, ректор НГУ В. А. Собянин, директор АТИЦ А. В. Аржанников, академик Ж. И. Алфёров, председатель СО РАН А. Л. Асеев, заведующий ОПФ НГУ А. Е. Зарвин, канд. физ.-мат. наук С. А. Аржанникова, канд. физ.-мат. наук В. Ж. Мадирбаев

Fig. 1. (a) Visit of V.V. Putin at ATRC NSU on April 8th 2010. From left to right: Head of the Semiconductor Physics Department of NSU Latyshev A. V., Rector of NSU Sobyenin V. A., Director of NOK NSM Arzhannikov A. V., Prime Minister of the Russian Federation Putin V. V., Governor of the Novosibirsk Region Tolokonsky V. A., Minister of Education and Science of the Russian Federation Fursenko A. A. (b) Visit of Zh. I. Alferov on November 24th, 2011. From left to right: corresponding member of RAS Latyshev A. V., Vice-Governor of the Novosibirsk Region Sapozhnikov G. A., Rector of Novosibirsk State University Sobyenin V. A., Director of ATRC Arzhannikov A. V., Academician of RAS Alferov Zh. I., Chairman of SB RAS Aseev A. L., Head of the NSU General Physics Department Zarvin A. E., Ph.D. Arzhannikova S. A., Ph.D. Madirbaev V. Zh.

Ввиду высокой заинтересованности научно-исследовательских коллективов учреждений Российской Федерации в использовании новых высокотехнологичных научных приборов в стране получила развитие программа центров коллективного пользования приборами и оборудованием. В рамках этой программы в 2010 году в НГУ был открыт Центр коллективного пользования «Высокие технологии и аналитика наносистем» (ЦКП «ВТАН») в статусе подразделения АТИЦ, обеспечивающего оказание услуг по проведению научно-исследовательских работ в интересах заказчиков со стороны подразделений НГУ, институтов Сибирского Отделения РАН и профильных промышленных заказчиков в Сибирском регионе. Более того, в последующие годы в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» ЦКП «ВТАН» обеспечивал возможность проведения научно-исследовательской работы на новом оборудовании для студентов и аспирантов из университетов, расположенных по всей стране. Для реализации широкого охвата территорий РФ в сфере оказания услуг по проведению научно-исследовательских работ ЦКП «ВТАН» был зарегистрирован на национальном портале ЦКП РФ (<https://ckp-rf.ru/ckp/3209/>). К 2021 году средняя загрузка оборудования этого ЦКП составила более 80 %, а ежегодное количество заказчиков услуг превысило 25.

Следует отметить, что в рамках первой очереди объявляемого регулярного конкурса на выделение мегагрантов РФ, предназначенных для приглашения ведущих зарубежных ученых,

в 2010 году получил финансирование проект #11.G34.31.0003, сформулированный коллективом под руководством А. В. Аржанникова и поданный от НГУ под названием «Лаборатория перспективных исследований по миллиметровому и терагерцовому излучению» (ЛПИМТИ). На роль руководителя этого проекта был приглашен ученый мирового уровня, профессор М. А. Тумм, который в тот год возглавлял институт с аналогичной направленностью исследований в Центре научно-технологических исследований города Карлсруэ (Германия). За время реализации этого проекта (в 2010–2012 годах) было сформировано ядро коллектива по исследованию ТГц-технологий и ТГц-материалов, а также развиты принципы, которые легли в основу работы сектора микроволновых физико-химических технологий, расположенного в цокольном этаже помещений АТИЦ. В 2014 году был введен в работу современный электронный литограф на основе РЭМ фирмы Raith для развития сектора производства наноструктур с латеральными размерами до 20 нм, в том числе для создания элементов нанoeлектроники и для ТГц-систем.

В 2018 году приказом ректора было утверждено Положение об АТИЦ «Высокие технологии и наноструктурированные материалы» ФФ НГУ, которое фиксировало перечень основных направлений деятельности центра, состав АТИЦ и основные функции подразделения. Исполняющим обязанности руководителя отдела был назначен академик РАН, д-р физ.-мат. наук А. Л. Асеев. Были обновлены сайты АТИЦ и ЦКП «ВТАН» в его составе [4], произведен ремонт неисправных приборов и сформированы заявки на конкурсы Минобрнауки РФ по финансированию НИР по актуальным направлениям исследований.

Большим шагом в развитии АТИЦ стало создание в 2020 году Лаборатории функциональной диагностики низкоразмерных структур для нанoeлектроники (ЛабФДНС) для выполнения проекта конкурсного Государственного задания на фундаментальные исследования по СНТР РФ на 2020–2023 годы. В соответствии с условиями конкурса и имеющимся финансированием, была утверждена численность лаборатории в составе 25 сотрудников, преимущественно молодых, а заведующим лабораторией стал канд. физ.-мат. наук Гейдт П. В. Целями лаборатории определены: разработка систем и поиск новых материалов для перспективных систем хранения цифровых данных (information storage; memory elements) и передачи информации (data transfer; transmitting systems), в том числе для оперирования большими данными (Big Data). Также в 2020 году АТИЦ ФФ НГУ стал членом консорциума академических институтов и университетов «Посткремниевая нанoeлектроника» (во главе с ИФП СО РАН) для выполнения исследовательского проекта в 2020–2022 годах. В 2021 году благодаря выигранному конкурсу ФЦП Минобрнауки РФ началась модернизация ЦКП «ВТАН», в рамках которого был введен в строй новый атомно-силовой микроскоп Dimension Icon производства компании Bruker (США) с набором дополнительных модулей уникальной для РФ комплектации.

Созданный комплекс уникальных приборов и научно-исследовательского, технологического оборудования, который служит сейчас основой инфраструктуры АТИЦ, обеспечивает выполнение учебных, курсовых, дипломных работ студентами ФФ и ФЕН НГУ, стажировки обучающихся из НГТУ и проведение исследований аспирантами НГУ и институтов СО РАН. Кроме того, в этих исследованиях участвуют соискатели научной степени из числа сотрудников предприятий-соисполнителей по совместным проектам со стороны высокотехнологического сектора экономики (OCSiAL, НЭВЗ, НЗПП, ОНИИП). Число таких учебных и исследовательских работ порядка десяти в год.

Диагностические и технологические инструменты АТИЦ и ЦКП «ВТАН» обеспечивают проведение НИОКТР с применением следующих диагностических, аналитических и технологических методов:

- сканирующая зондовая микроскопия;
- растровая электронная микроскопия;
- просвечивающая электронная микроскопия;
- рентгеновская дифрактометрия;

- спектрометрия в широком (0,19-2000 мкм) диапазоне длин электромагнитных волн;
- спектральный анализ от терагерцового до микроволнового диапазона;
- эллипсометрия;
- электрофизические измерения;
- пробоподготовка и локальная модификация нанообъектов;
- электронно-лучевая литография.

Кроме того, в АТИЦ имеется комплекс приборов и оборудования специализированного технологического назначения: гиротронные и магнетронные нагревательные установки, магнетронные напылительные станции и т. п. Часть оборудования, изначально предназначавшегося для НОК, с 2007 года перешла в ведение других подразделений НГУ – например, в Отдел прикладной физики ФФ и кафедру физиологии ФЕН. В общей сложности балансовая стоимость оборудования и приборов в АТИЦ составляет в 2022 году порядка 400 млн рублей.

Результаты научных исследований и подготовки научно-инженерных кадров по различным направлениям

1. Эпитаксиальный рост и сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)

Приборную основу этого направления исследований в АТИЦ составляет сверхвысоковакуумный прибор VT STM фирмы Scienta Omicron (Германия) (рис. 2а). Данный прибор позволяет получать изображения поверхностей различных материалов с атомарным разрешением (рис. 2б), что позволяет изучать эволюцию состояния поверхностей при температурном воздействии или в результате нанесения на них тонких слоев различных материалов, которое осуществляется внутри вакуумной системы самого прибора. Используя изображения СТМ чистых граней (110) кремния, а также поверхностей, наклоненных к этой грани, в сочетании с проведением квантово-химических расчетов из первых принципов (*ab initio*), удалось расшифровать атомную структуру чистых реконструированных поверхностей кремния. Было установлено (см.: [5]), что структура поверхностей кремния формируется с помощью универсальных блоков, показанных на рисунке 1в.

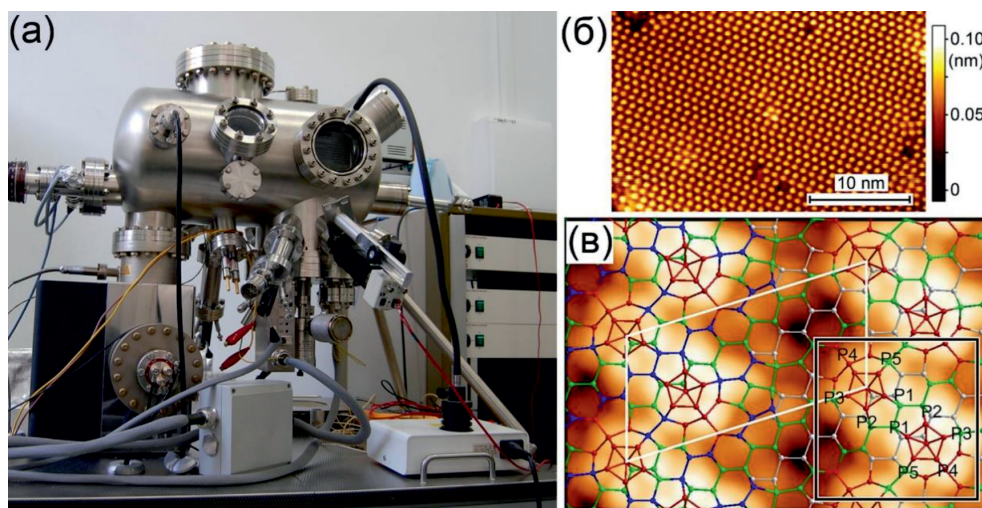


Рис. 2. (а) Фотография экспериментальной установки, оснащенной СТМ. (б) СТМ-изображение чистой поверхности германия с ориентацией (111) и реконструкцией с (2×8) . (в) Модель поверхности кремния со структурой $\text{Si}(17\ 15\ 1)-(2 \times 1)$, которая содержит универсальный структурный блок, формирующий реконструкцию поверхности кремния и германия, ориентированные вблизи грани (110)

Fig. 2. (a) Photograph of the experimental setup equipped with STM. (b) STM image of a clean germanium surface with (111) orientation and reconstruction with (2×8) . (c) Model of a silicon surface with the $\text{Si}(17\ 15\ 1)-(2 \times 1)$ structure, which contains a universal structural block that forms a reconstruction of the silicon and germanium surfaces oriented near the (110) face

При исследовании изменений морфологии поверхности в процессе осаждения германия на подложку из кремния было обнаружено новое явление в системе Si–Ge (рис. 3). Было установлено, что при сравнительно высоких температурах (750 °C и выше) в этой системе реализуется явление твердотельной несмачиваемости подложки кремния слоями SiGe. Показано, что подложки кремния, покрытые частицами SiGe, демонстрируют сильные широкополосные антиотражающие характеристики [6]. Результаты исследования резонанса Ми в структурах Ge и перспективы полупроводниковой электроники в этом направлении подробно описаны в публикациях [7; 8].

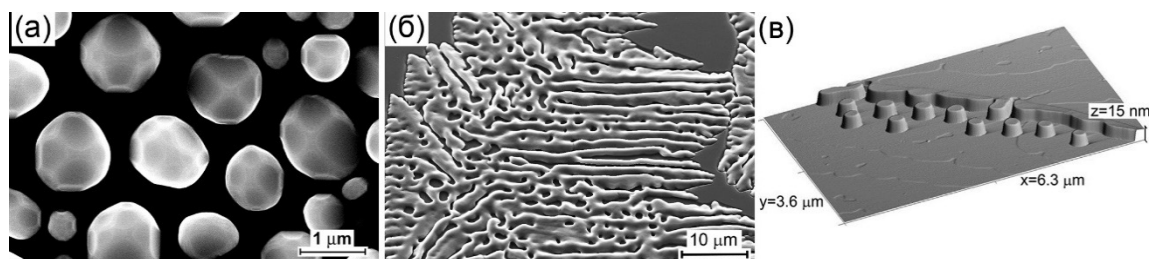


Рис. 3. (а) и (б) РЭМ-изображения структур SiGe на поверхностях кремния с ориентацией (100) и (111) соответственно, полученные в результате реализации явления твердотельной несмачиваемости. (в) СТМ-изображение поверхности слоя SiGe на Si(111), сформированной под действием направленной электромиграции
 Fig. 3. (a) and (b) SEM images of SiGe structures on silicon surfaces with (100) and (111) orientations, respectively, obtained as a result of the implementation of the solid-state nonwettability phenomenon; (в) STM image of the surface of the SiGe layer on Si(111) formed under the action of directed electromigration

2. Колебательная спектроскопия

Вибрационная (колебательная) спектроскопия в АТИЦ включает две методики: спектроскопию комбинационного (неупругого) рассеяния света (также называемая RAMAN) и Фурье-спектроскопию инфракрасного поглощения (FTIR). Приборную базу этого направления обеспечивает спектрометр комбинационного рассеяния света (КРС) фирмы Horiba Jobin Yvon (Франция) модели Т64000 (рис. 4а), который представляет собой наиболее совершенную разработку дисперсионного спектрометра КРС класса А. Приборы класса А позволяют исследовать спектры КРС в широком спектральном диапазоне (300–1100 нм) с применением различных возбуждающих линий, различных типов лазеров, в УФ, видимой и ближней ИК областях. Эти приборы обладают высоким ($0,1\text{--}0,15\text{ см}^{-1}$) разрешением с высокой воспроизводимостью положения по длинам волн, что дает возможность исследовать низкочастотную (акустическую) область спектра (спектр колебаний решетки). Наличие конфокальной оптики и техники микро-Раман-картографирования позволяет анализировать поверхность исследуемого объекта и проводить его послойный анализ. Примером использования такого преимущества Т64000, как работа в акустической области спектра (от нескольких обратных сантиметров от лазерной линии), является возможность записи акустических свернутых колебаний в полупроводниковых сверхрешетках либо акустических мод в молекулярных кристаллах. На рисунке 4б приведен пример спектра КРС для многослойных структур Ge/GeSn в области оптических колебаний. Наличие конфокального микроскопа позволяет получать спектры КРС с субмикронным латеральным разрешением. В этих условиях удалось собрать сигнал с «торца» тонких многослойных структур Ge/GeSn (рис. 4б) и исследовать эффект расщепления фононного дублета по частоте при двuosных механических напряжениях в слоях Ge [9].

на рисунке 5. Анализ изображений показал, что наночастицы с размерами 1–2 нм расположены внутри каналов МСМ-41, в то время как частицы размером более 4 нм расположены на внешней поверхности. Доля фракции малых наночастиц Ag в МСМ-41 значительно больше количества крупных частиц (см. выноски на рис. 1а), локализованных на внешней поверхности МСМ-41. Это позволило глубже понять механизм каталитического действия данного материала, улучшить его характеристики и расширить область применения данного катализатора [11].

По ПЭМ-изображению пленки AlN на подложке ситалла (рис. 5b) удалось определить толщину пленки, качество интерфейсов «подложка/Al» и «Al/AlN», оценить направленность и размеры кристаллитов AlN в толще поликристаллической текстурированной пленки, а по карте электронной дифракции ПЭМ (SAED) для AlN (см. выноски на рис. 5b) установить, что направление кристаллитов $\langle 001 \rangle$ лежит в диапазоне ± 13 градусов от нормали к поверхности [12]. Исследование проведено при сотрудничестве с Омским научным центром СО РАН. Для изготовления поперечных срезов требуется провести трудоемкую процедуру пробоподготовки и нанесения образцов на медную сетку с аморфным кремнием, затем производится съемка при высоком увеличении ПЭМ.

Высокое разрешение ПЭМ позволяет определить параметры кристаллической решетки также в диспергированных материалах. На рисунке 5c представлено изображение структуры материала в образце порошка электрида вида составов C12A7 (см. описание в пункте 9). Комбинирование результатов ПЭМ с данными методик ПЭМ (SAED) и дифрактометрией РФА в АТИЦ позволяют характеризовать структурное качество кристаллов и наноматериалов.

В качестве добавки для повышения прочностных характеристик материалов широко применяются углеродные нанотрубки (УНТ, англ. CNT). Для исследования свойств УНТ в АТИЦ активно используется методика ПЭМ. В результате исследований были определены параметры роста, включая влияние катализаторов на рост, распределение УНТ по длинам, диаметры, бездефектность, количество индивидуальных слоев (рис. 5d) в многостенных УНТ (МУНТ, англ. MWCNT). Данные работы ведутся в АТИЦ в течение нескольких лет при тесной кооперации с успешным мировым производителем нанотрубок OCSiAl (ООО «Тюбол Центр НСК»).

В области современных полупроводниковых наноструктур (рис. 5e), используя наработки по синтезу сверхрешеток GaAs-AlAs и напряженных сверхрешеток InAs-GaAs, в ИФП СО РАН были выращены и далее в АТИЦ визуализированы гетероструктуры с квантовыми ямами InGaAs между барьерами AlAs в широкозонной матрице GaAlAs. Подробнее об анализе сверхрешеток можно прочесть в [13, с. 182].

Наличие в АТИЦ столь высококлассного multifunctional оборудования, в особенности ПЭМ, позволяет коллективу отдела активно сотрудничать с научными и образовательными организациями стран СНГ, Юго-Восточной Азии и Европы. Примером такого интереса к сотрудничеству служит визит в АТИЦ в марте 2019 года (рис. 6) нобелевского лауреата 2014 года Хироши Амано (университет Нагои, Япония).

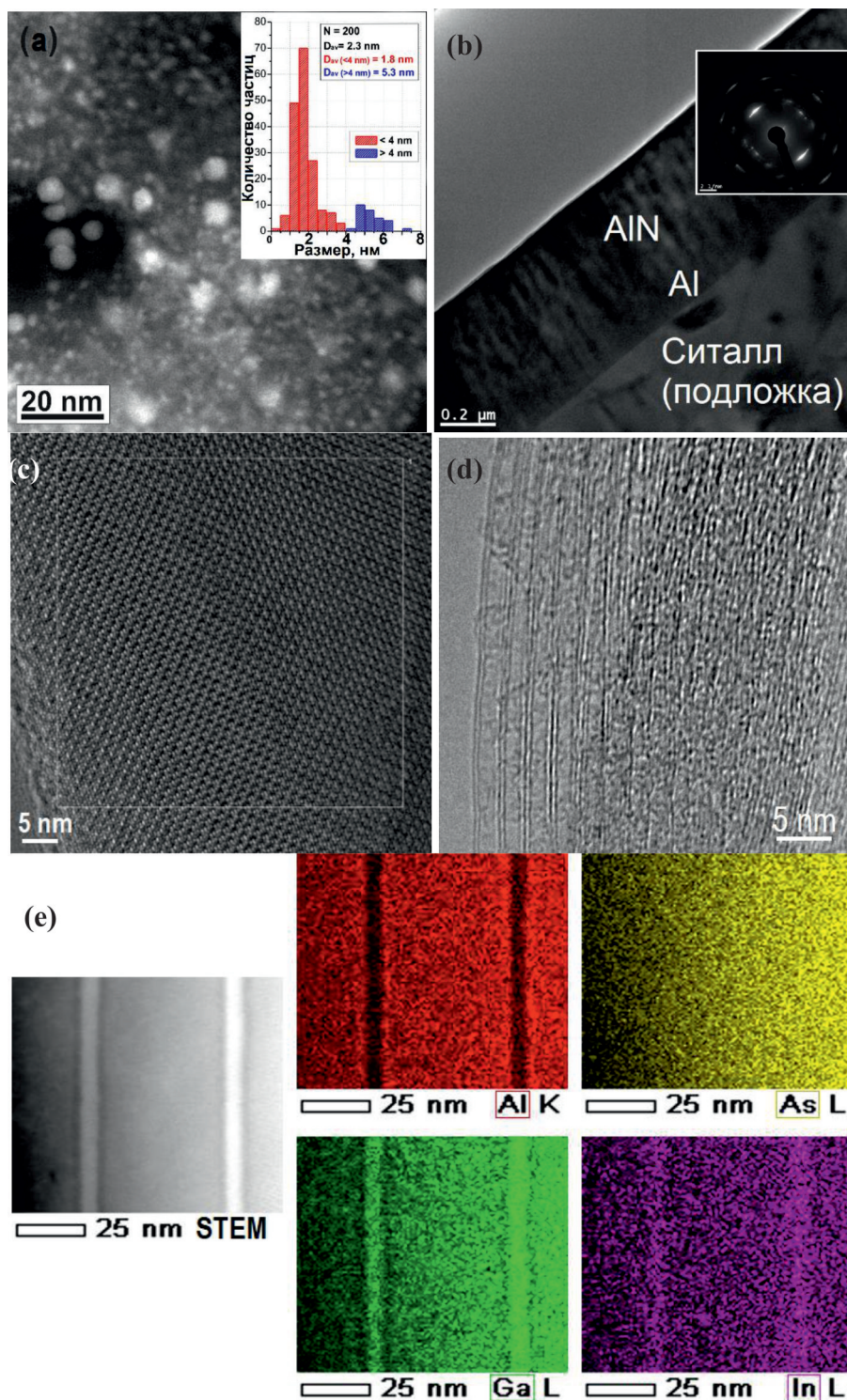


Рис. 5. (a) ПЭМ ВР для катализатора Ag, в выноске – гистограмма распределения диаметров частиц катализатора в мезопористом алюмосиликате MCM-41; (b) ПЭМ изображение поперечного среза пленки AlN, в выноске – электронная дифракция SAED от участка AlN в ПЭМ; (c) ПЭМ ВР изображение атомной решетки электрида C12A7, прокаленного при 1 450 °C; (d) микроскопическое изображение с различными стенками единичных МУНТ получено Кривякиным Г. К. для TUBALL™; (e) HAADF STEM-изображение и карты распределения элементов (подписаны): алюминия (К-линия), мышьяка (L-линия), галлия (L-линия) и индия (L-линия), полученные цифровой обработкой EDX-спектров на JEOL JEM-2200FS с корректором аберраций осветительной системы при ускоряющем напряжении 200 кВ. Шкала на картах элементов – 25 нм

Fig. 5. (a) HR-TEM for Ag catalyst, in the inset a histogram of the distribution of catalyst particle diameters in mesoporous aluminosilicate MCM-41 is shown. (b) TEM image of a cross section of an AlN film; in the inset, SAED electron diffraction from an AlN region in TEM is shown. (c) HR-TEM image of the atomic lattice of C12A7 electride calcined at 1450°C. (d) Microscopic image with distinguishable walls of single MWCNTs obtained by G. K. Krivyakin for TUBALL™. (e) HAADF STEM image and element distribution maps (signed): aluminum (K-line), arsenic (L-line), gallium (L-line) and indium (L-line), obtained by digital processing of EDX spectra on JEOL JEM-2200FS with lighting system aberration corrector at 200 kV accelerating voltage. The scale on the element maps is 25 nm



Рис. 6. А. Л. Асеев рассказывает о научных исследованиях в АТИЦ и перспективах их дальнейшего развития лауреату Нобелевской премии по физике 2014 года Х. Амано 15 марта 2019 г. рядом с ПЭМ JEOL JEM-2200FS. Слева направо: оператор ПЭМ м. н. с. Кривякин Г. К., почетный доктор НГУ Амано Х., ректор НГУ Федорук М. П., директор АТИЦ Асеев А. Л., заведующий ЛабФДНС Гейдт П. В.

Fig. 6. Academician of RAS A. L. Aseev talks about scientific research at the ATRC and the prospects for their further development to the 2014 Nobel Prize in Physics Laureate H. Amano on March 15th, 2019 next to the JEOL JEM-2200FS TEM. From left to right: TEM operator, junior researcher Krivyakin G. K., Honorary Doctor of NSU Amano H., Rector of NSU Fedoruk M. P., Director of ATRC Aseev A. L., Head of LabFDNS Geydt P. V.

4. Электронная литография

Для проведения исследований по электронной литографии (Electron Beam Lithography, EBL) в АТИЦ используется установка Pioneer фирмы RAITH (Германия), показанная на рисунке 7а. Эта установка позволяет с высокой геометрической точностью облучать остроконцентрированным пучком электронов чувствительный к электронам материал – резист, нанесенный на поверхность подложек в виде сплошных пленок толщиной, как правило, около 200 нм. Участки резиста, подвергнутые такому воздействию, называемому экспонированием, изменяют свою растворимость, поэтому после помещения подложки с экспонированной пленкой резиста в растворитель (проявитель) на ее поверхности образуется маска, соответствующая заданной геометрии. Применение различных методов травления подложки через сформированную маску и/или осаждения материала на ее поверхность позволяет решать разные задачи по структурированию и модификации поверхности в планарной технологии и при создании метаматериалов. В частности, используя метод сверхвысоковакуумного осаждения, возможно получение востребованных покрытий из упорядоченных частиц германия (Ge) на поверхности кремниевой (Si) подложки: конусообразной формы (рис. 7б), в форме диска (рис. 7в). Такие структуры в зависимости от формы частиц способны изменять оптоэлектронные свойства под-

ложки и служить в качестве антиотражающих покрытий. Было показано сильное влияние геометрических параметров Ge-частиц на их спектры отражения в ИК и видимой области спектра за счет возбуждения Ми-резонансов [14]. Структуры, показанные на рисунке 7г, которые представляют собой двумерный фотонный кристалл, были получены методом плазмохимического травления КНИ-подложки через маску резиста [15].



Рис. 7. (а) Установка Pioneer (RAITH) и РЭМ изображения двумерных регулярных структур Ge, выращенных и визуализированных с ее помощью: (б) конусообразные, (в) в форме диска; (г) двумерный фотонный кристалл, см. шкалу 5 мкм внизу; (д) гетероструктура образца с квантовыми точками Ge с перфорированной пленкой золота на поверхности

Fig. 7. (a) Pioneer lithography apparatus (RAITH) and SEM images of two-dimensional regular Ge structures grown and visualized with its help: (b) cone-shaped, (c) disk-shaped. (g) 2D photonic crystal, see 5 μm scale below. (d) Heterostructures of a sample with Ge quantum dots with a perforated gold film on the surface

В свою очередь такие структуры способны избирательно излучать свет (фотолюминесценция) в зависимости от геометрических параметров: периода, глубины и диаметра отверстий. Они могут применяться в лазерах, волноводах, усилителях и т. д. Еще одним широко распространенным технологическим приемом, применяемым совместно с электронной литографией, является металлизация. На поверхности подложки в результате процесса металлизации, схожего с формированием частиц из Ge, образуются металлические структуры. Создание массива упорядоченных, фиксированного размера золотых или алюминиевых дисков широко используется в плазмонике [16]. Пример плазмонной структуры с перфорированной пленкой золота на поверхности гетеросистемы с квантовыми точками Ge в кремнии приведен на рисунке 7д. Такие структуры при воздействии ИК-излучения приводят к генерации поверхностных плазмонных резонансов проводящих электронов и востребованы в современных ИК-детекторах и системах визуализации.

5. Малоугловое рентгеновское рассеяние

Уже почти 15 лет в АТИЦ развивают метод малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР, в англоязычной литературе SAXS), становление которого было инициировано д-ром биол. наук Тузиковым Ф. В.[†] [17]. Метод МУРР на приборе S3 Micro производства компании Hecus (Австрия) (рис. 8) используется в АТИЦ для анализа размеров и формы различных объектов, изучаемых в таких научных направлениях, как катализ, неорганическая химия и биология. В частности, весьма распространенным объектом для МУРР является суспензия коллоидных наночастиц в растворе. Для данного метода нет ограничений по агрегатному состоянию объектов, как, например, для рентгеновской дифрактометрии (РФА, англ. XRD), и с его помощью можно эффективно изучать жидкие, аморфные материалы и полимерные наноматериалы.



Рис. 8. Фотография малоуглового рентгеновского дифрактометра S3 Micro фирмы Hecus

Fig. 8. Photograph of a small-angle X-ray diffractometer (SAXS) Hecus S3 Micro

АТИЦ совместно с кафедрой химии твердого тела НГУ готовит студентов к работам на пучках синхротронного излучения, обучая их методикам работы на современных приборах в последовательности от РФА и МУРР до синхротрона. В настоящее время ведутся разработки в области материаловедения, а с повышением доступности синхротрона в Сибирском регионе становятся все более востребованными исследования свойств биологических объектов. Так, с помощью метода МУРР проводятся исследования процессов агрегации различных функциональных материалов, к которым относятся полимерные композиты для регенеративной медицины [18], а также упорядоченные мезопористые материалы (SBA-15, MCM-41 и др.) и различные каркасные металл-органические структуры (metal-organic framework) [19].

6. Эллипсометрия широкого оптического диапазона

Сектор эллипсометрии (ellipsometry) в АТИЦ активно работает с 2008 года. В приборном парке АТИЦ используются три разновидности эллипсометров исследовательского класса, построенные по статической фотометрической схеме. К ним относятся: 1) спектральный эллипсометр для диапазона длин волн 250–1 000 нм и углов падения 45–70 градусов, 2) сканирующий эллипсометр для построения карт поверхности образца размером до 150 × 150 мм с разрешением вдоль поверхности 5 мкм и 3) высоковакуумный эллипсометр для измерения поверхностных процессов в вакууме с частотой повторения измерений от 1 мс. Эллипсометры показаны на рисунке 9.

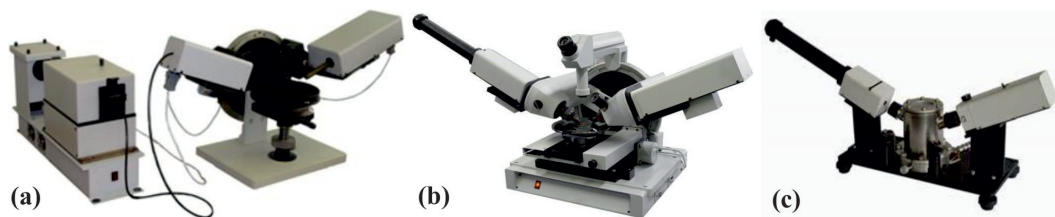


Рис. 9. Научные приборы отечественного производства ИФП СО РАН, изготовлены и используются при активном участии сотрудников ИФП СО РАН: С. В. Рыхлицкого, В. А. Швеца и И. А. Азарова (по совместительству м. н. с. в АТИЦ ФФ НГУ): (а) спектральный эллипсометр, (b) лазерный сканирующий микроэллипсометр, (c) вакуумный эллипсометр

Fig. 9. Scientific instruments of domestic production of the ISP SB RAS, manufactured and used with the active participation of the staff of ISP SB RAS: S. V. Rykhitsky, V. A. Shvets and I. A. Azarov (junior researcher at ATRC NSU): (a) spectral ellipsometer, (b) laser scanning microellipsometer, (c) vacuum ellipsometer

Унифицированные программные продукты позволяют быстро обучать новых пользователей работе и получать результаты оптических измерений. Чувствительность метода позволяет определять толщины и оптические свойства плёнок, диэлектрические функции объёмных материалов, строить карты распределения свойств по поверхности пластин, в отдельных случаях, наблюдать субмонослойные покрытия. Совместно с другими методами оптических исследований (фотометрия, КР- и ИК-спектроскопия) эллипсометрия образует кластер оптических исследований, позволяющий многосторонне описывать новые материалы и структуры. Преимущества этих оптических методов – невозмущающий контроль, быстрота проведения измерения и предварительного анализа, относительно невысокая стоимость оборудования. Примером проводимых исследований служат: контроль прецизионного нанесения слоев GeO методом термического испарения нанокристаллического гетероматериала Ge:GeO_2 при контроле толщины с помощью эллипсометра в высоковакуумной камере [20], исследование разреженных высокопористых столбчатых покрытий на основе оксидов циркония и титана для сцинтилляторов нового поколения [21] и т. д.

7. Технологии создания объектов и их диагностика в частотном интервале от микроволнового до терагерцового диапазона

В качестве одной из важных работ технологической направленности, проводимых АТИЦ в области использования мощного микроволнового излучения, следует выделить исследование спекания нанокompозитных материалов для катодов твердооксидных топливных элементов с использованием гиротронного генератора на частоте 24 ГГц с мощностью 5 кВт. В отличие от традиционного использования генераторов промышленной частоты 2,45 ГГц (при длине волны 12,5 см), которая не позволяет сформировать равномерное облучение объектов сантиметровых размеров, в нашем случае повышенная на порядок величины частота обеспечивает повышенный однородный энерговклад в локальных пространственных областях, что принципиально необходимо для достижения требуемых функциональных свойств создаваемых материалов [22]. Более того, по сравнению с термическим спеканием в традиционных печах, микроволновый нагрев позволяет получить плотные функциональные слои при рабочих температурах на 200–300 °C ниже. В этих условиях удастся избежать образования побочных фаз, растрескивания и отслаивания функциональных слоев, а также до двух порядков повысить кислородную подвижность в нанокompозитах. Это позволило довести удельные мощности топливных элементов до 500 мВт/см² при 700 °C с использованием в качестве топлива влажного H_2 или смеси $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O}$, и эти параметры в полной мере соответствуют требованиям к изделиям с позиции их практического применения [23].

Другой комплекс работ по микроволновому направлению – исследования частотно-селективных свойств объектов по отношению к воздействию потоков излучения, генерируемых в широком интервале частот: от терагерцового до микроволнового диапазона. Эти работы включают: спектроскопию материалов в области миллиметровых и субмиллиметровых (мм/субмм) волн в интервале частот 0,05–20 ТГц; разработку функциональных оптических элементов мм/субмм-фотоники на основе искусственно структурированных материалов – так называемых метаматериалов или метаструктур (см. рис. 7); разработку новых методик и приборных решений для исследования оптически непрозрачных материалов и сред на мм/субмм-волнах, включая методы визуализации объектов с применением новых физических принципов. Развитие этих направлений работы вызвано большой практической значимостью получаемых результатов. Это связано с уникальными свойствами такого излучения: высокой способностью проникать через оптически непрозрачные материалы без ионизирующего эффекта, высокой чувствительности к характеристикам жидких и аморфных сред, достижимостью высокого пространственного разрешения при визуализации скрытых объектов, наличием переходов в органических молекулах и молекулярных кристаллах, высокой информационной ёмкостью при беспроводной передаче данных.

К используемым в АТИЦ спектральным приборам в диапазоне миллиметровых волн относятся квазиоптический субтерагерцовый ЛОВ-спектрометр, разработанный в ИОФ АН (г. Москва) и Фурье-спектрометр «Vertex 80v» фирмы Bruker (Германия). ЛОВ-спектрометр на основе ламп обратной волны (ЛОВ) реализован по схеме интерферометра Маха – Цендера, снабжен плавно перестраиваемыми монохроматическими источниками излучения, перекрывающими диапазон частот 0,05–1,1 ТГц, а также широкополосным детектором на основе оптоакустического преобразователя (ячейки Голя). Этот оптоакустический преобразователь по своим характеристикам в субмиллиметровом и терагерцовом диапазонах близок к другим типовым болометрическим регистраторам терагерцового и инфракрасного диапазонов [24]. Прибор оснащен автоматизированным 2D-сканером, что позволяет получить 2D-изображения объектов по амплитудным и фазовым спектрам пропускания и отражения [25–27] (рис. 10а,б).

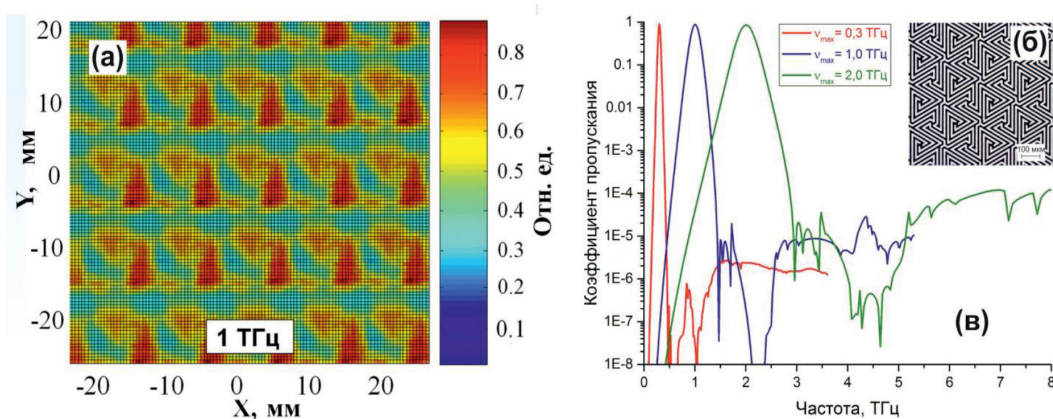


Рис. 10. (а) Пример изображения «на пропускание» на длине волн $\lambda = 0,3$ мм (1 ТГц) для кремниевой пластины с изготовленными на ней чипами, демонстрирующий чувствительность субмм-излучения к концентрации носителей заряда в полупроводнике; (б) микрофотография метаструктуры с заданными электродинамическими свойствами (черный цвет соответствует алюминию); (в) спектры пропускания разработанных в АТИЦ высококонтрастных полосовых фильтров на основе метаструктур с максимумами пропускания на 0,3, 1,0 и 2,0 ТГц соответственно

Fig. 10. (a) an example of a “transmission” image at a wavelength of $\lambda = 0.3$ mm (1 THz) for a silicon wafer with chips fabricated on it, demonstrating the sensitivity of sub-mm radiation to the concentration of charge carriers in a semiconductor; (b) micrograph of a metastructure with given electrodynamic properties (black color corresponds to aluminum); (c) transmission spectra of high-contrast band-pass filters based on metastructures with transmission maxima at 0.3, 1.0, and 2.0 THz, respectively, developed at ATRC

Разработанные в АТИЦ высококонтрастные полосовые фильтры на основе частотно-селективных структур позволили создать уникальный восьмиканальный полихроматор для интервала частот 0,1–0,8 ТГц, который используется в ИЯФ СО РАН для спектральных исследований мультимегаваттного потока излучения [28].

Особо отметим Фурье-спектрометр Vertex 80v, который позволяет проводить в АТИЦ измерения амплитудных спектров пропускания и отражения образцов в широком диапазоне частот 1–20 ТГц при использовании одного источника излучения и DTGS-детектора (на основе дейтерированного сульфата триглицина, англ. Deuterated triglycine sulfate). В случае использования криогенного кремниевого болометра обеспечивается возможность проводить измерения в интервале частот 0,2–20 ТГц.

8. Технологии по вакуумному синтезу покрытий

В АТИЦ ФФ НГУ в настоящее время проводятся работы по вакуумному синтезу покрытий на основе металлов и их нитридов, являющихся частью разрабатываемых и создаваемых в АТИЦ микроволновых резонаторов, которые работают на объемных акустических волнах (ОАВ). Данные резонаторы представляют собой многослойные структуры пьезоэлектрического преобразователя и акустического брэгговского отражателя. Базовыми элементами таких резонаторов являются пленка алюминия, выполняющая роль электрода, и пленка нитрида алюминия (кристалл или поликристалл, имеющий структурный тип вюрцита), которая способна работать на частотах от 2 до 20 ГГц в качестве пьезоэлектрического преобразователя. Осаждение покрытий алюминия и нитрида алюминия осуществляется в вакуумной камере установки «Спутник» (рис. 11a,b), разработанной и созданной в НГУ А. С. Золкиным† и С. Ю. Чепкасовым. Эта установка позволяет формировать различные функциональные покрытия (металлические, нитридные, карбидные, карбонитридные и т. д.) методами реактивного магнетронного распыления и ионно-лучевого осаждения.

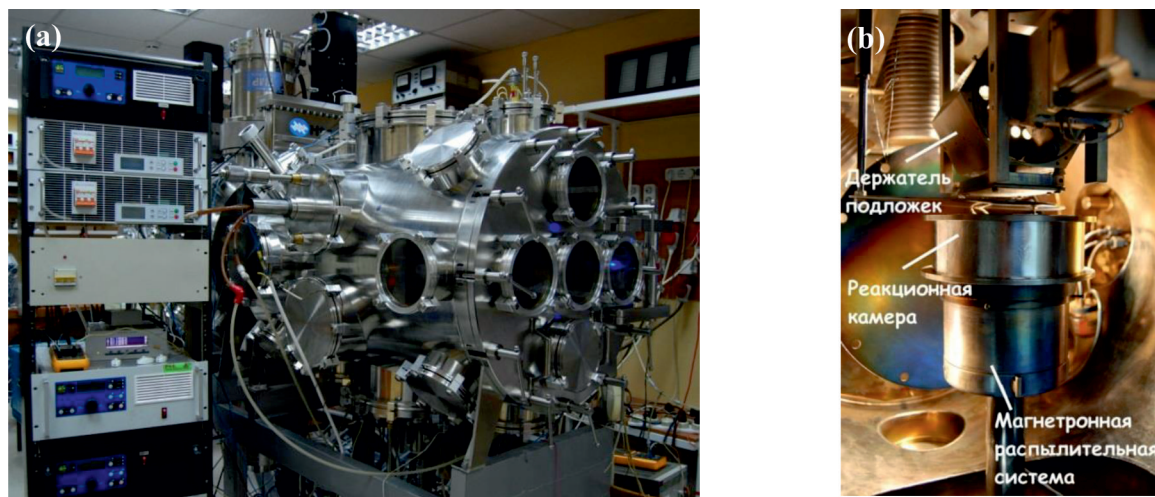


Рис. 11. Вакуумная установка «Спутник»: а – внешний вид с блоком электроники (производства ООО «Прикладная электроника», г. Томск); б – магнетронная распылительная система (МРС), расположенная внутри камеры установки

Fig. 11. Vacuum unit “Sputnik”: (a) external view with the electronics unit (manufactured by Applied Electronics, LLC, Tomsk); (b) magnetron sputtering system (MSS) located inside the installation chamber

Проводимые на этой установке исследования направлены на решение таких задач, как нахождение оптимального режима работы магнетронной распылительной системы (МРС) и условий синтеза пленок, снижение их шероховатости, повышение степени их кристалличности,

обеспечение их определенного химического состава и формирование равномерной толщины пленок на всей поверхности подложки. Для изучения этих характеристик пленок используются различные методы исследования поверхности, такие как: спектроскопия комбинационного рассеяния света, рентгенофазовый анализ, эллипсометрия и спектрофотометрия, имеющиеся в подразделении АТИЦ и описанные выше.

9. Исследования электрида типа C12A7 на базе майенитной керамики

Коллективом Лаборатории ФДНС по основообразующему для АТИЦ проекту госзадания в 2020–2022 годах проведены работы в области поиска, роста и характеристики материалов [29] для новых перспективных систем хранения [30] и передачи [31] информации.

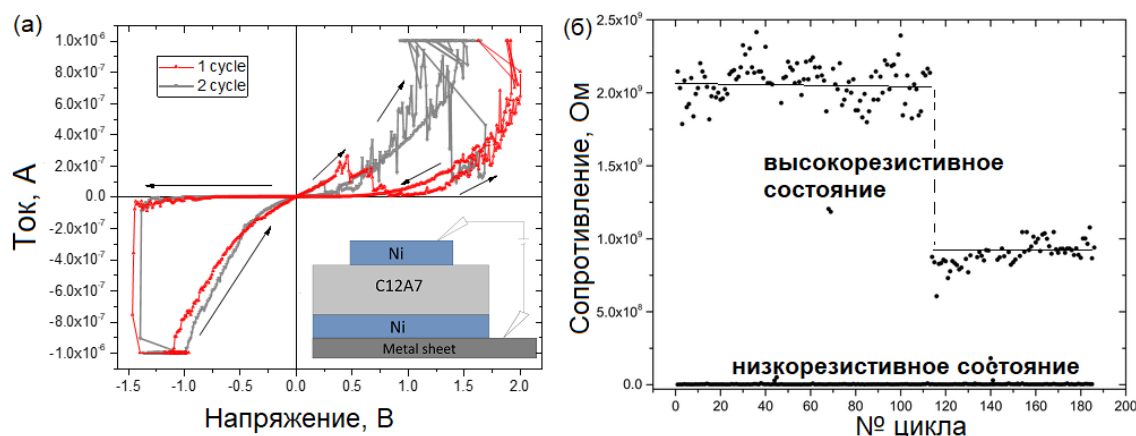


Рис. 12. (а) Гистерезис ВАХ электрида для двух циклов измерения с мемристивным эффектом. Схема измерения элемента показана внизу. (б) Циклические переключения резистивных состояний для образца электрида, прокаленного при 1450 °С

Fig. 12. (a) Hysteresis of the I–V characteristic of the electride for 2 measurement cycles with the memristive effect. The element measurement scheme is shown below. (b) Cyclic switching of resistive states for an electride sample calcined at 1450 °C

Одним из наиболее интересных материалов, исследуемых сейчас в АТИЦ, является электрид семейства составов C12A7 с формулой $[\text{Ca}_{24}\text{Al}_{28}\text{O}_{64}]^{4+}(\text{e}^-)_4$, иначе записываемой (C12A7:e⁻), которая эквивалентна стехиометрии гидроксидных форм прекурсоров при получении керамики термическим спеканием в корундовой ампуле: $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$. В обогащенном кислородом состоянии майенита (аналогичен природному минералу) материал является изолятором, в то время как при замещении двух ионов кислорода O^{2-} на четыре электрона e^- образец при сохранении электронейтральности изменяет цвет от белого до черного через серо-зеленый, а его электрическое сопротивление падает на 14 порядков величины за счет формирования электронного газа вокруг твердого анионного каркаса $[\text{Ca}_{24}\text{Al}_{28}\text{O}_{64}]^{4+}$. При этом в роли анионов выступают электроны. Одним из существенных плюсов данного материала для электроники является возможность перезаписи информации значительное количество раз – порядка (оценочно) $> 10^{12}$, низкая работа, требуемая для переключения, и при этом высокая скорость переключения и возможность сохранять состояние в течение нескольких лет. Такими характеристиками обладает монокристаллический электрид в системах ReRAM памяти, в то время как в АТИЦ исследуется менее изученная поликристаллическая модификация электрида C12A7, и на ней удалось пронаблюдать как гистерезис ВАХ, отображающий эффект памяти (мемристивный эффект, рис. 12а), так и цикличность перезаписи (рис. 12б). Таким образом, в АТИЦ была доказана принципиальная возможность построения элемента памяти на поликристаллическом электриде вида составов C12A7. Фазовый состав электрида и его

дифференциация от непроводящего майенита была подтверждена результатами рентгенофазового анализа на рентгеновский порошковом дифрактометре ARL X'TRA производства Thermo Fisher Scientific (Швейцария). Работоспособность элемента была экспериментально протестирована во ВКЛ (низкоомное состояние, точки внизу) и ВЫКЛ (высокоомное состояние, точки порядка 1–2 МОм) состояниях вплоть до 190 циклов, но наблюдалось падение сопротивления ВЫКЛ после 110 циклов перезаписи. Тем не менее различия в резистивных состояниях достаточно для хранения информации в элементах памяти [30].

Сотрудниками Лаборатории ФДНС были исследованы структуры, составы и свойства материалов, включая пьезоэлектрические характеристики [32] поликристаллических текстурированных пленок AlN (ПЭМ данной структуры показан на рисунке 5b), полученных методом магнетронного осаждения в высоком вакууме при активном сотрудничестве с Омским научным центром СО РАН. В 2023–2024 годах планируется объединить наработки в области систем хранения и систем передачи информации для разработки комплексных решений при создании современных отечественных систем оперирования большими данными (Big Data).

Заключение

АТИЦ физического факультета НГУ в партнерстве с институтами Новосибирского научного центра обеспечивает проведение исследований высокого международного уровня по различным направлениям физики и химии в интересах Сибирского отделения РАН и предприятий высокотехнологического сектора региональной и общероссийской экономики. К важнейшим направлениям этих исследований относятся: реализация нанотехнологических процессов для получения полупроводниковых и каталитических функциональных материалов, создание микроструктурированных метаповерхностей и метаматериалов для терагерцовой спектральной области излучения, разработка систем хранения и быстрой передачи больших потоков информации.

В ходе проведения исследований обучающиеся в Новосибирском государственном университете, а в последующем его выпускники, приобретают необходимый опыт для достижения высоких научных результатов в вышеуказанных областях и становятся высококвалифицированными специалистами, востребованными в настоящее время для научно-технологического развития в Российской Федерации. Спрос на эти научно-инженерные кадры высок в академических институтах, инновационных промышленных предприятиях и наукоемком бизнесе. АТИЦ ФФ НГУ заинтересован в сотрудничестве при выполнении совместных исследований и проведении работ по направлениям науки и образования, указанным в настоящей статье.

Список литературы

1. Алфёров Ж. И., Казаринов Р. Ф. Полупроводниковый лазер с электрической накачкой // Авторское свидетельство на изобретение. № 181737. 30 марта 1963.
2. Алфёров Ж. И. Физика и жизнь. М.: СПб.: Изд-во Наука, 2001. 287 с.
3. Alferov Zh. I. The history and future of semiconductor heterostructures // Semiconductors. 1998. Vol. 32, no. 1. Pp. 1–14.
4. Сайт отдела АТИЦ [Электронный ресурс]: <https://research.nsu.ru/ru/organisations/аналитический-и-технологический-исследовательский-центр-высокие-т/persons/> (дата обращения: 20.05.2022 г.).
5. Zhachuk R. A., Shklyayev A. A. Universal building block for (1 1 0)-family silicon and germanium surfaces // Applied Surface Science. 2019. Vol. 494. Pp. 46–50.
6. Shklyayev A. A., Tsarev A. V. Broadband antireflection coatings made of resonant submicron-and micron-sized SiGe particles grown on Si substrates // IEEE Photonics Journal. 2021. Vol. 13. Pp. 1–12.

7. **Dabard C., Shklyayev A. A., Armbrister V. A., Aseev A. L.** Effect of deposition conditions on the thermal stability of Ge layers on SiO₂ and their dewetting behavior // *Thin Solid Films*. 2020. Vol. 693, no. 7. P. 137681.
8. **Shklyayev A. A., Utkin D. E., Tsarev A. V., Kuznetsov S. A., Anikin K. V., Latyshev A. V.** Interdisk spacing effect on resonant properties of Ge disk lattices on Si substrates // *Sci. Rep.* 2022. Vol. 12. P. 8123.
9. **Володин В. А., Тимофеев В. А., Туктамышев А. Р., Никифоров А. И.** Расщепление частот оптических фононов в растянутых слоях Ge // *Письма в ЖЭТФ*. 2017. Т. 105, № 5. С. 305–310.
10. **Володин В. А.** Локализация фононов и фонон-плазмонное взаимодействие в полупроводниковых наноструктурах / Дис... д. ф.-м. н. 20.06.2017 г. ИФП СО РАН.
11. **Mamontov G. V., Gorbunova A. S., Vyshegorodtseva E. V., Zaikovskii V. I., Vodyankina O. V.** Selective oxidation of CO in the presence of propylene over Ag/MCM-41 catalyst // *Catalysis Today*. 2019. Vol. 333. Pp. 245–250.
12. **Асеев А. Л., Гейдт П. В.** Материалы для систем обработки больших данных. I Российская Научная конференция «Радиофизика, фотоника и исследование свойств вещества» (РФИВ) 6–8 октября 2020, г. Омск, РФ.
13. **Гутаковский А. К., Латышев А. В., Чувилин А. Л.** Структура дефектов и границ раздела в полупроводниковых гетеросистемах. Новосибирск: Изд-во Параллель, 2016. 230 с.
14. **Utkin D. E., Anikin K. V., Veber S. L., Shklyayev A. A.,** Dependence of light reflection of germanium Mie nanoresonators on their aspect ratio // *Opt. Materials*. 2020. Vol. 109. Pp. 110466.
15. **Utkin D. E., Shklyayev A. A., Tsarev A. V., Latyshev A. V.** Formation of 2D-PhCs with missing holes based on Si-layers by EBL // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2017. Vol. 917. P. 062030.
16. **Yakimov A. I., Kirienko V. V., Bloshkin A. A., Dvurechenskii A. V., Utkin D. E.** Mid-infrared optical resonances in quantum dot photodetectors coupled with metallic gratings with different aperture diameters // *Current Applied Physics*. 2020. Vol. 20, no. 7. Pp. 877–882.
17. **Тузинов Ф. В.** Анализ биологических наноструктур в системах метаболизма белков и липидов: Строение, дисперсный состав и механизмы равновесных взаимодействий макромолекул / Дис... д. б. н. 20.06.2005 г. ГНЦ вирусологии и биотехнологии «Вектор» Минздрава РФ.
18. **Chernonosova V. S., Kvon R. I., Stepanova A. O., et al.** Human serum albumin in electrospun PCL fibers: structure, release, and exposure on fiber surface // *Polymers for Advanced Technologies*. 2017. Vol. 28, no. 7. Pp. 819–827.
19. **Ларичев Ю. В.** Исследование упорядоченности пористой структуры мезопористого материала SBA-15 методом малоугловой дифрактометрии // *Журнал структурной химии*. 2021. Т. 62, № 1. С. 151–156.
20. **Астанкова К. Н., Володин В. А., Азаров И. А.** О структуре тонких плёнок монооксида германия // *Физика и техника полупроводников*. 2020. Т. 54, № 12. С. 1296–1301.
21. **Azarov I. A., Kuper K. E., Lemzyakov A. G., Porosev V. V., Shklyayev A. A.** Scintillator surface modification by glancing angle deposition of thin ZrO₂ films // *JINST*. 2022. Vol. 17. P. T05013.
22. **Sadykov V., Usoltsev V., Yermeev N., Mezentsева N., Pelipenko V., Krieger T., Belyaev V. et al.** Functional nanoceramics for intermediate temperature solid oxide fuel cells and oxygen separation membranes // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2013. Vol. 33, iss. 12. Pp. 2241–2250.
23. **Sadykov V. A., Mezentsева N. V., Bobrova L. N. et al.** Advanced Materials for Solid Oxide Fuel Cells and Membrane Catalytic Reactors / *Advanced Nanomaterials for Catalysis and Energy* (Ed. V. A. Sadykov), Chpt 12, pp. 435–514. Elsevier Inc., 2019. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814807-5.00012-7>
24. **Demyanenko M. A., Esaev D. G., Ovsyuk V. N., Fomin B. I., Aseev A. L., Knyazev B. A., Kulipanov G. N., Vinokurov N. A.** Matrix microbolometric receivers for infrared and terahertz ranges // *Optical journal*. 2009. Vol. 76, no. 12. Pp. 5–11.

25. Кузнецов С. А., Аржанников А. В., Тумм М. К. А. Особенности дифракции электромагнитных волн на регулярно-периодических индуктивных металлических структурах // Вестник НГУ. Серия: Физика. 2013. Т. 8, вып. 4. С. 11–24.
26. Kuznetsov S. A., Astafyev M. A., Gelfand A. V., Arzhannikov A. V. Microstructured Frequency Selective Quasi-Optical Components for Submillimeter-Wave Applications / Proc. 44th European Microwave Conf. (EuMC 2014), Rome, Italy, October 6–9, 2014. Article no. 6986576, pp. 881–884.
27. Kuznetsov S. A., Lenets V. A., Tumashov M. A., et al. Self-complementary metasurfaces for designing terahertz deflecting circular-polarization beam splitters // Appl. Phys. Lett. 2021. Vol. 118, no. 13. P. 131601.
28. Arzhannikov A. V., Ivanov I. A., Kasatov A. A., et al. Well-directed flux of megawatt sub-mm radiation generated by a relativistic electron beam in a magnetized plasma with strong density gradients // Plasma Phys. Control. Fusion. 2020. Vol. 62. P. 045002.
29. Kapishnikov A. V., Kenzhin R. M., Koskin A. P., Volodin A. M., Geydt P. V. Mayenite synthesis from hydroxide precursors: Structure formation and active sites on its surface // Materials. 2022. Vol. 15, no. 3. P. 778.
30. Rybak A. A., Yushkov I. D., Nikolaev N. A., Kapishnikov A. V., Volodin A. M., Krivyakin G. K., Kamaev G. N., Geydt P. V. Electrophysical properties of polycrystalline C12A7:e[−] electride // Electronics. 2022. Vol. 11, no. 4. P. 668.
31. Moreno-Peñarrubia A., Kuznetsov S. A., Beruete M. Ultrathin Subterahertz Half-Wave Plate With High Conversion Efficiency Based on Zigzag Metasurface // IEEE Trans. Antennas Propag. 2020. Vol. 68, no. 11. Pp. 1–5.
32. Nikolaev I. V., Geydt P. V., Korobeishchikov N. G., Kapishnikov A. V., Volodin V. A., Azarov I. A., Strunin V. I., Gerasimov E. Y. The Influence of Argon Cluster Ion Bombardment on the Characteristics of AlN Films on Glass-Ceramics and Si Substrates // Nanomaterials. 2022. Vol. 12, no. 4. P. 670.

References

1. Alferov Zh. I., Kazarinov R. F. Semiconductor laser with electrical pumping // Author's certificate for the invention. No. 181737. March 30, 1963.
2. Alferov Zh. I. Physics and life. M.: St. Petersburg: Nauka Publishing House, 2001. p. 287
3. Alferov Zh. I. The history and future of semiconductor heterostructures. *Semiconductors*, 1998, Vol. 32, no. 1, pp. 1–14.
4. Website of the ATIC department [Online]: <https://research.nsu.ru/ru/organisations/аналитический-и-технологический-исследовательский-центр-высокие-т/persons/> (accessed on 20.05.2022).
5. Zhachuk R. A., Shklyayev A. A. Universal building block for (1 1 0)-family silicon and germanium surfaces, *Applied Surface Science*, 2019, vol. 494, pp. 46–50.
6. Shklyayev A. A., Tsarev A. V. Broadband antireflection coatings made of resonant submicron- and micron-sized SiGe particles grown on Si substrates. *IEEE Photonics Journal*, 2021, vol. 13, pp. 1–12.
7. Dabard C., Shklyayev A. A., Armbrister V. A., Aseev A. L. Effect of deposition conditions on the thermal stability of Ge layers on SiO₂ and their dewetting behavior. *Thin Solid Films*, 2020, vol. 693, no. 7, 137681.
8. Shklyayev A. A., Utkin D. E., Tsarev A. V., Kuznetsov S. A., Anikin K. V., Latyshev A. V. Interdisk spacing effect on resonant properties of Ge disk lattices on Si substrates. *Sci. Rep.*, 2022, vol. 12, 8123.
9. Volodin V. A., Timofeyev V. A., Tuktamyshev A. R., Nikiforov A. I. Frequency splitting of optical phonons in stretched Ge layers. *JETP Letters*, 2017, vol. 105, no. 5, pp. 305–310.

10. **Volodin V. A.** Dissertation for the degree of Doctor of Physical and Mathematical Sciences “Phonon localization and phonon-plasmon interaction in semiconductor nanostructures”. June 20, 2017. Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS.
11. **Mamontov G. V., Gorbunova A. S., Vyshegorodtseva E. V., Zaikovskii V. I., Vodyankina O. V.** Selective oxidation of CO in the presence of propylene over Ag/MCM-41 catalyst. *Catalysis Today*, 2019, vol. 333, pp. 245–250.
12. **Aseev A. L., Geydt P. V.** **Materials for big data processing systems.** 1st Russian Scientific Conference “Radiophysics, Photonics and the Study of the Properties of Matter” (RFIS) October 6–8, 2020, Omsk, Russia.
13. **Gutakovskiy A. K., Latyshev A. V., Chuvilin A. L.** Structure of defects and interfaces in semiconductor heterosystems. Novosibirsk: Parallel Publishing House, 2016. p. 230.
14. **Utkin D. E., Anikin K. V., Veber S. L., Shklyayev A. A.** Dependence of light reflection of germanium Mie nanoresonators on their aspect ratio. *Opt. Materials*, 2020, vol. 109, 110466.
15. **Utkin D. E., Shklyayev A. A., Tsarev A. V., Latyshev A. V.** Formation of 2D-PhCs with missing holes based on Si-layers by EBL. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 2017, vol. 917, 062030.
16. **Yakimov A. I., Kirienko V. V., Bloshkin A. A., Dvurechenskii A. V., Utkin D. E.** Mid-infrared optical resonances in quantum dot photodetectors coupled with metallic gratings with different aperture diameters. *Current Applied Physics*, 2020, vol. 20, no. 7, pp. 877–882.
17. **Tuzikov F. V.** Dissertation for the degree of Doctor of Biological Sciences “Analysis of Biological Nanostructures in the Systems of Protein and Lipid Metabolism: Structure, Disperse Composition, and Mechanisms of Equilibrium Interactions of Macromolecules”. June 20, 2005. State Research Center of Virology and Biotechnology VECTOR.
18. **Chernonosova V. S., Kvon R. I., Stepanova A. O., et al.** Human serum albumin in electrospun PCL fibers: structure, release, and exposure on fiber surface. *Polymers for Advanced Technologies*, 2017, vol. 28, no. 7, pp. 819–827.
19. **Larichev Yu. V.** Investigation of the ordering of the porous structure of the mesoporous material SBA-15 by small-angle diffractometry. *Journal of Structural Chemistry*, 2021, vol. 62, no. 1, pp. 151–156.
20. **Astankova K. N., Volodin V. A., Azarov I. A.** On the structure of thin films of germanium monoxide. *Physics and Technology of Semiconductors*, 2020, vol. 54, no. 12, pp. 1296–1301.
21. **Azarov I. A., Kuper K. E., Lemzyakov A. G., Porosev V. V., Shklyayev A. A.** Scintillator surface modification by glancing angle deposition of thin ZrO₂ films. *JINST*, 2022, vol. 17, T05013.
22. **Sadykov V., Usoltsev V., Yermeev N., Mezentseva N., Pelipenko V., Krieger T., Belyaev V. et al.** Functional nanoceramics for intermediate temperature solid oxide fuel cells and oxygen separation membranes. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2013, vol. 33, Iss. 12, pp. 2241–2250.
23. **Sadykov V. A., Mezentseva N. V., Bobrova L. N., et al.** Advanced Materials for Solid Oxide Fuel Cells and Membrane Catalytic Reactors, Chapter 12 in Book “Advanced Nanomaterials for Catalysis and Energy” (V.A. Sadykov, Ed.). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814807-5.00012-7>, Copyright 2019 Elsevier Inc., pp. 435–514.
24. **Demyanenko M. A., Esaev D. G., Ovsyuk V. N., Fomin B. I., Aseev A. L., Knyazev B. A., Kulipanov G. N., Vinokurov N. A.** Matrix microbolometric receivers for infrared and terahertz ranges. *Optical journal*, 2009, vol. 76, no. 12, pp. 5–11.
25. **Kuznetsov S. A., Arzhannikov A. V., Thumm M. K. A.** Peculiarities of electromagnetic waves diffraction on regular-periodic inductive metallic structures. *Vestnik NSU. Series: Physics*, 2013, vol. 8, no. 4. P. 11–24.
26. **Kuznetsov S. A., Astafyev M. A., Gelfand A. V., Arzhannikov A. V.** Microstructured Frequency Selective Quasi-Optical Components for Submillimeter-Wave Applications. *Proc. 44th European Microwave Conf. (EuMC 2014)*, Rome, Italy, October 6–9, 2014, article no. 6986576, pp. 881–884.

27. **Kuznetsov S. A., Lenets V. A., Tumashov M. A., et al.** Self-complementary metasurfaces for designing terahertz deflecting circular-polarization beam splitters. *Appl. Phys. Lett.*, 2021, vol. 118, no. 13, 131601.
28. **Arzhannikov A. V., Ivanov I. A., Kasatov A. A., et al.** Well-directed flux of megawatt sub-mm radiation generated by a relativistic electron beam in a magnetized plasma with strong density gradients. *Plasma Phys. Control. Fusion*, 2020, Vol. 62, 045002.
29. **Kapishnikov A. V., Kenzhin R. M., Koskin A. P., Volodin A. M., Geydt P. V.** Mayenite synthesis from hydroxide precursors: Structure formation and active sites on its surface. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 3, p. 778.
30. **Rybak A. A., Yushkov I. D., Nikolaev N. A., Kapishnikov A. V., Volodin A. M., Krivyakin G. K., Kamaev G. N., Geydt P. V.** Electrophysical properties of polycrystalline C12A7:e⁻ electride. *Electronics*, 2022, vol. 11, no. 4, p. 668.
31. **Moreno-Peñarrubia A., Kuznetsov S. A., Beruete M.** Ultrathin Subterahertz Half-Wave Plate with High Conversion Efficiency Based on Zigzag Metasurface. *IEEE Trans. Antennas Propag.*, 2020, vol. 68, no. 11, pp. 1–5.
32. **Nikolaev I. V., Geydt P. V., Korobeishchikov N. G., Kapishnikov A. V., Volodin V. A., Azarov I. A., Strunin V. I., Gerasimov E. Y.** The Influence of Argon Cluster Ion Bombardment on the Characteristics of AlN Films on Glass-Ceramics and Si Substrates. *Nanomaterials*, 2022, vol. 12, no. 4, p. 670.

Информация об авторах

Гейдт Павел Викторович, кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Аржанников Андрей Васильевич, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Асеев Александр Леонидович, доктор физико-математических наук, академик РАН, заведующий отделом, главный научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Шкляев Александр Андреевич, доктор физико-математических наук, Новосибирский государственный университет, главный научный сотрудник, ИФП СО РАН (Новосибирск, Россия)

Володин Владимир Алексеевич, доктор физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Азаров Иван Алексеевич, младший научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Зайковский Владимир Иванович, кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Уткин Дмитрий Евгеньевич, Новосибирский государственный университет, младший научный сотрудник, ИФП СО РАН (Новосибирск, Россия)

Ларичев Юрий Васильевич, кандидат химических наук, научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Чепкасов Сергей Юрьевич, младший научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Кузнецов Сергей Александрович, старший научный сотрудник, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Information about the Authors

Pavel V. Geydt, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), head of the laboratory, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)

- Andrey V. Arzhannikov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, chief researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Alexander L. Aseev**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Academician of RAS, chief researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Alexander A. Shklyayev**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), chief researcher, ISP SB RAS, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Vladimir A. Volodin**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Docent, leading researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Ivan A. Azarov**, Junior Researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Vladimir I. Zaikovskii**, Candidate of Sciences (Chemistry), senior researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Dmitriy E. Utkin**, junior researcher, ISP SB RAS, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Yurii V. Larichev**, Candidate of Sciences (Chemistry), researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Sergey Y. Chepkasov**, junior researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)
- Sergey A. Kuznetsov**, senior researcher, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russian Federation)

*Статья поступила в редакцию 06.06.2022; одобрена после рецензирования 15.07.2022;
принята к публикации 22.07.2022*

*The article was submitted 06.06.2022; approved after reviewing 15.07.2022;
accepted for publication 22.07.2022*

Учебно-методическая статья

УДК 543.51

DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

**Центр коллективного пользования
«Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ»**

**Василий Васильевич Пархомчук¹, Алексей Валентинович Петрожицкий²,
Михаил Михайлович Игнатов³, Екатерина Васильевна Пархомчук⁴**

^{1,2}Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН
Новосибирск, Россия

²⁻⁴Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

^{2,4}Институт археологии и этнографии СО РАН
Новосибирск, Россия

⁴Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН
Новосибирск, Россия

¹parkhomchuk@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5833-0051>

²petrozhav@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6653-2232>

³mmignatov@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-5659-0431>

⁴ekaterina@catalysis.run, <https://orcid.org/0000-0003-2200-884X>

Аннотация

В данной статье представлены сведения о ресурсах ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» и состоянии ускорительной масс-спектрометрии (УМС) в России. Описаны ключевые отличия метода УМС от традиционных способов определения радиоуглерода, приведен принцип действия ускорительных масс-спектрометров российского (Уникальная научная установка «УМС ИЯФ СО РАН») и швейцарского (MICADAS-28) производства, а также даны основные сведения о методиках изготовления графитовых мишеней для УМС-анализа.

Ключевые слова

ускорительная масс-спектрометрия, радиоуглеродное датирование, пробоподготовка, графитизация

Для цитирования

Пархомчук В. В., Петрожицкий А. В., Игнатов М. М., Пархомчук Е. В. Центр коллективного пользования «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ» // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 89–101. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

Accelerator Mass Spectrometry “Golden Valley”

Vasily V. Parkhomchuk¹, Alexey V. Petrozhitskii², Mikhail M. Ignatov³,
Ekaterina V. Parkhomchuk⁴

^{1,2}Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

²⁻⁴Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russian Federation

^{2,4}Institute of Archaeology and Ethnography SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

⁴Boreskov Institute of Catalysis SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

¹parkhomchuk@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5833-0051>

²petrozhav@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6653-2232>

³mmignatov@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-5659-0431>

⁴ekaterina@catalysis.run, <https://orcid.org/0000-0003-2200-884X>

Abstract

Information about the resources of the laboratory “AMS Golden Valley” and the state of affairs in accelerator mass spectrometry (AMS) in Russia is presented. The key differences of the AMS method from traditional methods for determining radiocarbon are described, the principle of operation of accelerator mass spectrometers of Russian (unique scientific facility “AMS BINP SB RAS”) and Swiss (MICADAS-28) production is given, and basic information is given about the methods for preparing graphite targets for AMS-analysis.

Keywords

accelerator mass spectrometry, radiocarbon dating, sample preparation, graphitization

For citation

Parkhomchuk V. V., Petrozhitskii A. V., Ignatov M. M., Parkhomchuk E. V. Accelerator Mass Spectrometry “Golden Valley”. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 89–101. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

29 мая 2020 года на основании Соглашения, подписанного ректором Новосибирского Государственного Университета (НГУ) и директорами трех учреждений Новосибирского научного центра (ННЦ) – Института ядерной физики им. Г. И. Будкера (ИЯФ) СО РАН, Института археологии и этнографии СО РАН и Института катализа им. Г. К. Борескова СО РАН – создано научно-исследовательское подразделение физического факультета НГУ ЦКП «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ». ЦКП зарегистрирован на сайте журнала Radiocarbon как радиоуглеродная лаборатория AMS Golden Valley (или по-русски «Золотая Долина» – по названию места основания новосибирского Академгородка). Цель создания ЦКП – проведение перспективных фундаментальных и прикладных научных исследований, в том числе с использованием ускорительной масс-спектрометрии (УМС), подготовка высококвалифицированных кадров, оказание услуг исследователям и научным коллективам НГУ, институтов ННЦ и иным заинтересованным пользователям.

В ЦКП успешно функционирует такое оборудование, как: ускорительные масс-спектрометры российского (Уникальная научная установка (УНУ) «УМС ИЯФ СО РАН») и швейцарского (MICADAS-28) производства; абсорбционно-каталитический стенд для зауглероживания биоорганических образцов, в том числе меченных изотопом ^{14}C ; швейцарский графитизатор AGE-3; система автоматизированной пробоподготовки ASE350 для экстракционной очистки образцов; изотопный масс-спектрометр Delta V Advantage для анализа изотопных сдвигов по ^{13}C , ^{15}N , ^{18}O и ^2H ; элементный анализатор Flash 2000 для анализа легких элементов; аналитический и препаративный комплекс высокоэффективной жидкостной хроматографии Agilent; электронный микроскоп Hitachi TM 3000 с EDX-приставкой и др.

Метод ускорительной масс-спектрометрии появился в 70-х годах XX века. Методом УМС можно измерять содержание в образце долго живущих космогенных и антропогенных изотопов, таких как ^{10}Be , ^{14}C , ^{26}Al , ^{129}I и др. Данные изотопы практически не имеют естественных каналов образования в земной коре. Они образуются в верхних слоях атмосферы под действием космического излучения или имеют техногенное происхождение. В первом случае интенсивность их образования определяется солнечной активностью и составом атмосферы, то есть примерно постоянна во времени и равномерно распределена по поверхности Земли. Во втором случае источником их образования, как правило, являются объекты атомной промышленности или испытания атомного оружия. Эти источники имеют локальный характер. После образования происходит вовлечение данных изотопов в климатические и геологические процессы переноса. В конечном итоге они осаждаются на поверхность земли в виде отложений. Поскольку указанные изотопы не стабильны, то со временем происходит уменьшение их концентрации относительно исходной. Измеряя эту разницу можно сделать выводы о возрасте исследуемых объектов или получить информацию об интенсивности геологических или климатических процессов, а также найти место расположения источника техногенного заражения. Наибольший интерес представляет изотоп ^{14}C , так как углерод – один из основных биологических элементов.

Традиционным для определения содержания ^{14}C методом является регистрация распадов с помощью жидкостных сцинтилляционных счетчиков. Период полураспада ^{14}C составляет около 5 700 лет. Естественное отношение ^{14}C к ^{12}C в современном образце составляет $1,2 \cdot 10^{-12}$. Поэтому 1 г углерода, выделенного из современной древесины, будет давать только 14 распадов в минуту. Для получения статистической точности 0,2 % нужно накопить $2,5 \cdot 10^4$ распадов, для чего потребуется примерно 10^6 с, то есть почти 12 суток. Если взять 100 г углерода, время сократится до 2,8 ч. Мы видим, что накопление достаточной статистики осложнено малой удельной активностью ^{14}C . Поэтому измерение радиоуглерода данным методом требует использования значительного количества образца, что во многих случаях практически невозможно.

В методе УМС, в отличие от метода регистрации распадов, происходит прямой подсчет атомов радиоуглерода в образце. Работа ускорительного масс-спектрометра основана на формировании ионного пучка из углерода образца, последовательной очистки пучка от фоновых примесей и непосредственного подсчета ионов ^{14}C . На практике для анализа методом УМС достаточно взять всего 1 мг чистого углерода [1]. Скорость счета ^{14}C на современном образце будет примерно 100 Гц, и для набора статистической точности 0,2 % потребуется чуть меньше часа. Содержание ^{14}C в исследуемом образце определяется относительно эталонного образца с известной концентрацией ^{14}C .

Первый ускорительный масс-спектрометр (УНУ «УМС ИЯФ СО РАН») в России был создан и запущен Институтом ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН в 2011 г. в Новосибирске и в течение последующих 10 лет представлял собой единственный в России УМС (рис. 1) [1–3]. На рисунке 2 представлена схема ускорительного масс-спектрометра, чувствительность данной установки составляет 10^{-15} ($^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$).



Рис. 1. Уникальная научная установка «Ускорительный масс-спектрометр ИЯФ СО РАН»

Fig. 1. Unique scientific facility “Accelerator Mass-Spectrometer of the Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS”

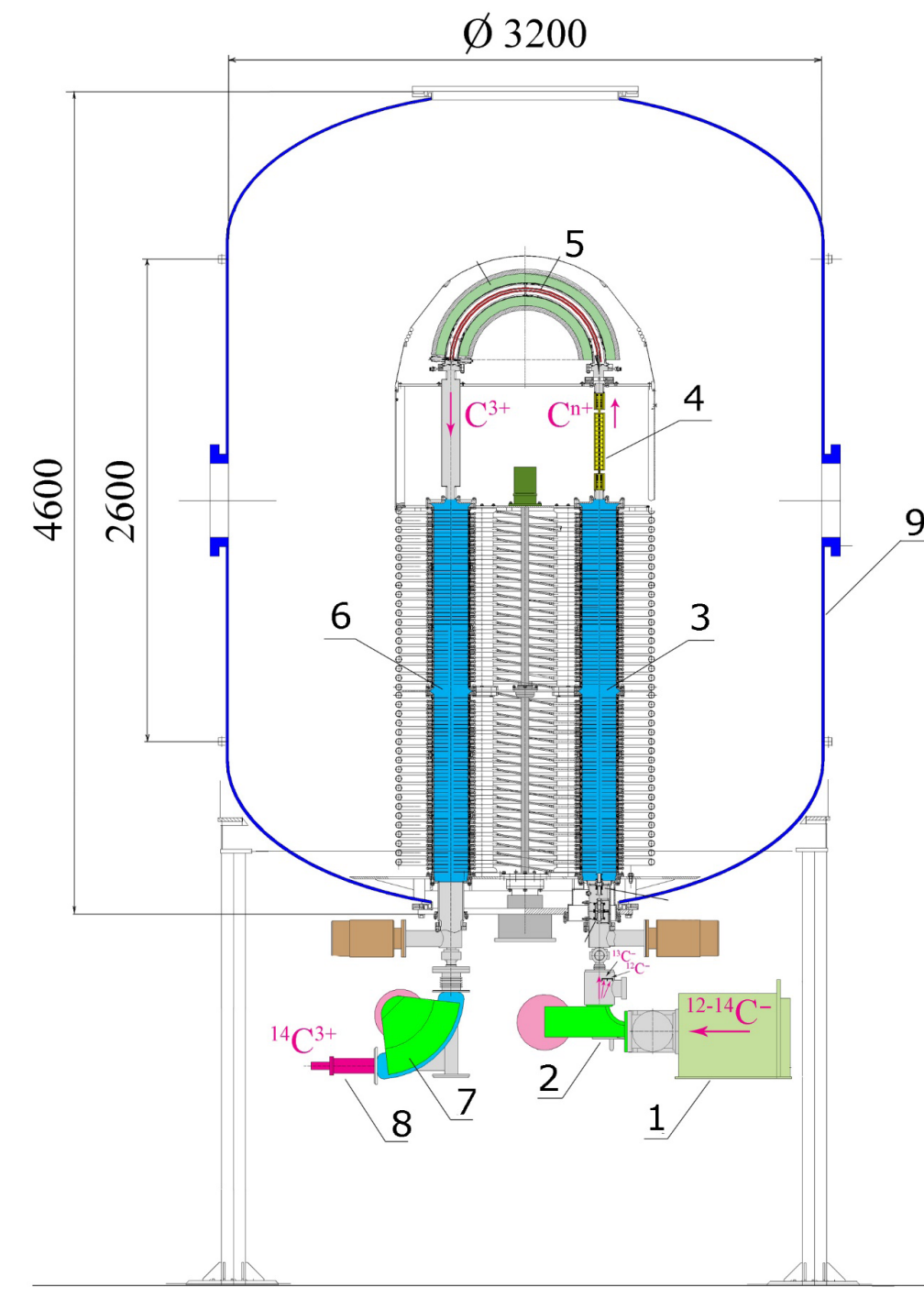


Рис. 2. Схема УНУ «УМС ИЯФ СО РАН»: 1 – источник отрицательных ионов, 2 – первый магнитный спектрометр, 3 – первая ускорительная трубка, 4 – перезарядная мишень, 5 – 180° электростатический поворот, 6 – вторая ускорительная трубка, 7 – второй магнитный спектрометр, 8 – времяпролетный детектор ионов, 9 – электроизоляционный бак ускорителя

Fig. 2. Scheme of the USF “AMS BINP SB RAS”: 1—source of negative ions; 2—first magnetic spectrometer; 3—first accelerating tube; 4—charge-exchange target; 5—180° electrostatic rotation; 6—second accelerating tube; 7—second magnetic spectrometer; 8—TOF ion detector 9—electrically insulating tank of the accelerator

Проведение радиоуглеродного анализа методом УМС состоит из следующих этапов.

1. Генерация ионного пучка. В отличие от обычной масс-спектрометрии в методе УМС традиционно используются источники отрицательных ионов распылительного типа. Использование отрицательных ионов решает сразу несколько проблем. Наиболее важно подавление формирования фона от изобар. Изобары – это паразитные ионы с тем же атомным весом A , что и исследуемые, но с отличным зарядом ядра Z . В случае с ^{14}C ($Z = 6$, $A = 14$) изобарой является азот ($Z = 7$, $A = 14$). В общем случае ионы изобар очень тяжело отделить от ионов интересующего изотопа. При одинаковом заряде иона и одинаковой атомной массе невозможно произвести разделение в электрических или магнитных полях. Для этого нужно либо добиться полной ионизации, и тогда разные заряды ядер позволят произвести разделение ионов в магнитном спектрометре, либо можно воспользоваться зависимостью ионизационных потерь в веществе от заряда ядра. То есть ионы пучка тормозятся в тонкой пленке. В результате у ионов изобар происходят потери энергии, отличные от ионов интересующего нас изотопа. Оба способа требуют ускорения ионов до сравнительно высоких энергий, что достигается использованием электростатического ускорителя с напряжением 3–5 МВ. В случае радиоуглерода изобарой является основной изотоп ^{14}N . Но азот не образует стабильных отрицательных атомарных ионов, поэтому его полное подавление происходит прямо в ионном источнике. Данное свойство является одним из базисных, на которых основан метод УМС для ^{14}C .

Формирование пучка отрицательных ионов углерода происходит по следующей схеме. Графитизированный образец, запрессованный в центр алюминиевого держателя, является катодом. Центральная область с углеродом имеет диаметр 1 мм. Она облучается сфокусированным потоком ионов цезия. Сфокусированный поток ионов цезия образуется следующим образом. В вакуумном резервуаре находится небольшое количество металлического цезия, примерно 1–3 г. Резервуар нагревается до температуры 150–200 °С. Затем пары цезия по трубке подаются на ионизатор – вогнутую сферическую молибденовую поверхность, нагретую до 1000 °С и находящуюся под потенциалом +8 кВ относительно катода. Напряжение на катоде составляет –25 кВ, на ионизаторе – –17 кВ относительно земли. На поверхности ионизатора происходит термическая ионизация атомов цезия. Получившиеся ионы цезия ускоряются в направлении катода электрическим полем. Сферическая поверхность ионизатора и правильная геометрия электрического поля обеспечивают фокусировку ионов цезия в центр катода.

На поверхности углеродного образца одновременно происходит несколько процессов: часть ионов цезия остается на поверхности катода и понижает работу выхода электронов, другая часть, бомбардируя катод, производит распыление процезированной поверхности. Цезий, с одной стороны, будучи щелочным металлом, легко отдает свой единственный внешний электрон, с другой стороны, обладая высокой массой, эффективно распыляет материал углеродной поверхности. В результате этого распыления образуется небольшой процент отрицательных ионов. Помимо атомарных ионов углерода C^- , также образуются молекулярные ионы, CN^- , CN_2^- и другие, а также кластерные ионы C^{2-} , C^{3-} и прочее. Продукты распыления катода оседают на внутренних поверхностях ионного источника и больше не участвуют в формировании пучка. Поэтому распылительный ионный источник с твердым катодом обладает малой памятью между образцами. Это свойство дает значительное преимущество перед газовыми ионными источниками. Электрическое поле производит ускорение отрицательных ионов с поверхности катода в направлении, противоположном движению ионов цезия. На выходе из ионного источника происходит дополнительное ускорение пучка до полной энергии 25 кэВ. Благодаря малому диаметру катода (1 мм) полученный пучок обладает очень высокой яркостью. В зависимости от настроек источника можно получать токи 10–100 мкА C^- . Катоды с образцами установлены в барабан. Последовательное получение пучка с разных катодов обеспечивается вращением барабана. В барабане УМС ИЯФ помещается 23 катода. Данный тип ионного источника был придуман в 70-х годах XX века и с тех пор используется с небольшими изменениями почти на всех существующих УМС.

2. Далее в первом магнитном спектрометре происходит разделение исходного пучка по массам 12, 13, 14 и их последовательная инжекция в ускоритель. Поскольку счет ^{14}C на выходе УМС пропорционален току исходного пучка, то необходимо измерение токов массы 12 или 13 на выходе УМС для нормирования счета ^{14}C . На данном этапе пучок массы 14 состоит в основном из фона молекул $^{12}\text{CH}_2^-$ и $^{13}\text{CH}^-$. После магнитного спектрометра происходит ускорение пучка в первой ускорительной трубке до напряжения +1 МВ.

3. После ускорения пучок с энергией 1,025 МэВ попадает в перезарядную мишень. В мишени происходит обдирка ионов пучка в столкновениях с атомами мишени с заряда -1 до различных зарядовых состояний 0, +1, +2, +3, +4 и пр. Спектр зарядовых состояний получается благодаря вероятностной природе столкновительной ионизации и росту энергии ионизации с зарядом. Чем выше заряд, тем меньше соответствующий процент ионов пучка. При этом существует зарядовое состояние, перезарядка в которое происходит с максимальной эффективностью для заданной энергии ионов. Оно растет с ростом энергии пучка. Так, для перезарядки в состояние +1 максимальная эффективность достигается при энергии 0,2 МэВ и составляет примерно 50 %. Для перезарядки в состояние +3 максимальная эффективность достигается при энергии уже 2 МэВ и составляет 55 %, а на энергии 1 МэВ составляет всего 20 %.

В УМС ИЯФ используется мишень на парах магния. В других УМС, как правило, используется газовая мишень с рециркуляцией рабочего газа. Использование магния имеет два преимущества: пары магния конденсируются на холодных поверхностях и тем самым, с одной стороны, не ухудшают вакуум в ускорителе, а с другой стороны, позволяют отказаться от системы рециркуляции, за счет чего упрощается конструкция. Улучшение вакуума в ускорителе уменьшает фон ^{14}C в измерениях.

После перезарядной мишени в УМС ИЯФ происходит фильтрация пучка в 180° электростатическом повороте. Отбирается зарядовое состояние +3. В этом зарядовом состоянии молекулы фона $^{12}\text{CH}_2^{3+}$ и $^{13}\text{CH}^{3+}$ нестабильны из-за кулоновского отталкивания. В результате они почти мгновенно распадаются на осколки. Использование заряда +3 для уничтожения молекул фона является вторым базисным принципом, на котором основан метод УМС для ^{14}C . Осколки молекул имеют неправильное соотношение энергии и заряда для прохождения 180° электростатического поворота, поэтому полностью отсеиваются. Именно перезарядка в состояние +3 вызывает необходимость ускорения ионов до энергии порядка 1 МэВ. Далее пучок ускоряется во второй ускорительной трубке до энергии 4,025 МэВ. После этого происходит окончательная фильтрация пучка во втором магнитном спектрометре, а затем измерение тока ^{13}C для нормировки счета ^{14}C .

4. Наконец, происходит регистрация ионов. В УМС ИЯФ используется тонкопленочный времяпролетный детектор. Он состоит из трех датчиков, разделенных двумя пролетными промежутками. Датчики регистрируют момент пролета иона, формируя на выходе электрический импульс. Измерив время между импульсами, мы получаем время пролета соответствующих промежутков. Фоновые ионы, имеющие массу или энергию отличную от таковой у ^{14}C , будут давать неправильное время пролета. Таким образом, детектор способен не только регистрировать факт прохождения иона, но и производить фильтрацию фона по времени пролета. После набора статистики ^{14}C производится сравнение измеряемых образцов с образцами-стандартами (с известной концентрацией радиоуглерода). Далее из содержания ^{14}C вычисляется радиоуглеродный возраст, из которого можно получить календарный возраст, используя калибровочную кривую.

Для получения графитизированных катодов для УНУ «УМС ИЯФ СО РАН» сотрудниками Института катализа им. Г. К. Борескова разработана и собрана абсорбционно-каталитическая установка [4], которая дает хорошую производительность и достаточную для радиоуглеродного датирования чистоту проб. Установка включает стадии сжигания образца, прошедшего перед этим процедуру очистки и выделения целевого вещества (целлюлозы из древесины, коллагена из кости, гуминовых кислот из почв и т. д.), сорбции углекислого газа на селективном

сорбенте, десорбции и каталитического восстановления CO_2 водородом. Процесс сжигания углеродсодержащего образца (4–10 мг) реализуется на катализаторе ИКТ-12-8 при 900 °С. Адсорбция на сорбенте CO_2 , в качестве которого может использоваться СаО, проводится при температуре 550 °С, затем линия вакуумируется, сорбент помещается в горячую зону при 920 °С для десорбции CO_2 . Выделяющийся CO_2 с помощью жидкого азота вымораживается в кварцевой или пирексовой пробирке, содержащей 7–8 мг порошка $\alpha\text{-Fe}$ (Aldrich-325 mesh), измеряется давление газа, вводится 20 % избыток относительно стехиометрического количества водорода и проводится каталитическое зауглероживание при 550 °С и общем давлении около 1,2 бар в течение 5–6 часов. В холодной зоне пробирки для зауглероживания имеется осушитель – персульфат магния или силикагель, пропитанный серной кислотой, необходимый для удаления образующейся воды и сдвига равновесия в сторону образования элементарного углерода. После завершения процесса порошок, содержащий 2–3 мг углерода, прессуется в таблетки и направляется на анализ на УНУ «УМС ИЯФ СО РАН». Процедуре зауглероживания, помимо исследовательских образцов, подвергаются также стандартные образцы, применяемые во всех мировых радиоуглеродных лабораториях, например щавелевой кислоты ОхI и SRM 4990C (ОхII) или сахарозы ANU. Относительное содержание радиоуглерода $^{14}\text{C}/^{13}\text{C}$ в исследовательских образцах нормируется на содержание $^{14}\text{C}/^{13}\text{C}$ в современном углероде, определяемом по стандартным образцам.

Можно отметить, что на описанной установке графитизации достигаемая чистота проб не превышает 0,8 %, в среднем около 1 % от современного уровня ^{14}C , однако в отличие от зарубежных аналогов разработанная система графитизации позволяет быстро и недорого получать качественные зауглероженные пробы от нетипичных объектов: например, высокосернистых материалов (тяжелые нефти, и др.), меченных ^{14}C биологических тканей, вирусов, органических аэрозольных частиц [5–7]. Кроме того, в ЦКП проводится датирование нагара на керамике и металлических изделиях, карбонатных натеков, растворенного в артезианской воде углекислого газа и растворенного в подземных водах метана. Некоторые уникальные методики подготовки графитизированных проб для УМС-анализа зарегистрированы как ноу-хау и запатентованы в России [8].



Рис. 3. Сотрудники НГУ после запуска MICADAS-28 в 2019 году (слева направо): А. В. Петрожицкий, Е. В. Пархомчук, М. М. Игнатов, а также сотрудник Ionplus Саша Максайнер (крайний справа)

Fig. 3. NSU employees after the launch of MICADAS-28 in 2019 (left to right): A. V. Petrozhitsky, E. V. Parkhomchuk, M. M. Ignatov, and the specialist of Ionplus Sascha Maxeiner

За время совместной работы химиков и физиков Новосибирска спрос на УМС-исследования в России значительно возрос, на УНУ «УМС ИЯФ СО РАН» проводится радиоуглеродный анализ более 1 500 образцов в год. В 2019 году НГУ приобрел MICADAS-28 (рис. 3) и появилась возможность дальнейшего развития областей применения УМС-анализа.

Установленная в НГУ система радиоуглеродного анализа MICADAS (MIni CARbon DAting System) включает в себя систему графитизации (AGE-3 или Automated Graphitisation Equipment), систему прессования подготовленного графита и непосредственно ускорительный масс-спектрометр.

Автоматическая система графитизации AGE-3 [9] позволяет за один цикл работы провести графитизацию до семи образцов. Основной концепцией AGE-3 является отказ от использования жидкого азота для сбора CO_2 . AGE-3 соединяется с элементным анализатором (Elementar Vario Isotope) для подготовки образцов графита (0,4–1 мг С). CO_2 , полученный при сжигании исходного образца и отделенный от остальных примесей на хроматографической колонке, из элементного анализатора переносится потоком гелия в адсорбционную ловушку AGE-3, в качестве которой выступает цеолит. При комнатной температуре CO_2 улавливается адсорбцией на ловушке. После концентрирования CO_2 и вакуумирования ловушки для удаления газа-носителя, ее нагревают до 420 °С в течение 50 с и выдерживают при этой температуре в течение 10 с. CO_2 десорбируется из цеолита и переносится в вакуумированный реактор графитизации за счет расширения газа. В качестве реагента добавляется газообразный водород, катализатором служит порошок железа (примерно 5 мг Fe на 1 мг С). Затем реакторы нагреваются до 580 °С в течение 120 мин, вода удаляется в ловушках, охлаждаемых элементами Пельтье. Для дальнейшего измерения полученный графит помещается в катоды с помощью пневматического пресса. Катоды вставляются в линейный магазин, вмещающий до 39 образцов. Чистота графитизированных проб достигает 0,2 % от современного уровня ^{14}C и позволяет проводить радиоуглеродный анализ древних артефактов возрастом до 75 тыс. лет.

Ускорительный масс-спектрометр MICADAS специально разработан и предназначен для рутинного выполнения радиоуглеродного анализа. Конструкция MICADAS подробно описана в [10; 11]. В отличие от УМС ИЯФ СО РАН, конструкция MICADAS имеет следующие особенности, которые позволяют производить измерения ^{14}C с минимальными затратами.

5. Гибридный источник отрицательных ионов углерода. Для загрузки образцов в ионный источник MICADAS, в отличие от УМС ИЯФ, применяется вакуумная шлюзовая камера. Шлюз имеет отдельную систему откачки и систему шиберов с пневматическим приводом. Это позволяет производить смену образцов без нарушения вакуума в основной камере ионного источника. Образцы устанавливаются в магазин, имеющий 39 мест. Он линейно перемещается по направляющей внутри шлюза относительно магнитного манипулятора. Манипулятор производит захват соответствующего образца и помещает его в держатель катода в ионном источнике. Формирование пучка ионов C^- происходит аналогично УМС ИЯФ СО РАН. По окончании цикла измерений образца манипулятор извлекает текущий катод и устанавливает его обратно в магазин. После этого магазин перемещается на следующую позицию. Смена образца занимает примерно 10 с. Извлечение магазина из ионного источника происходит автоматически. Использование шлюза позволяет исключить влияние процедуры смены магазина на режим работы ионного источника. В результате повышается стабильность параметров и сокращаются потери времени на повторный запуск и настройку режима работы. Напряжение на катоде составляет –38кВ, рабочий ток С – 65–85 мкА [9].

6. Тандемный ускоритель с напряжением до 200 кВ с вакуумной электрической изоляцией и коммерчески доступным высоковольтным полупроводниковым источником питания. В этом ускорителе используется толстая гелиевая перезарядная мишень. Гелий из мишени свободно вытекает в вакуумный объем ускорителя и скачивается мощной системой откачки. В этом же объеме находится электрическое поле, ускоряющее пучок. В этой концепции отсутствуют ускорительные трубки, что упрощает конструкцию ускорителя и позволяет отказаться

от использования элегаза (SF_6). В MICADAS используется перезарядка ионов в состояние $+1$. В этом состоянии молекулы $^{12}\text{CH}_2^+$ и $^{13}\text{CH}^+$ стабильны. Их развал производится в множественных столкновениях с атомами мишени. Поэтому плотность мишени существенно больше, чем необходимо для достижения зарядового равновесия в пучке. Уникальность гелия заключается в том, что он все еще имеет высокое сечение перезарядки в $+1$, но при этом рассеяние ионов пучка на нем мало из-за его малой массы. Именно возможность уничтожения молекул в столкновениях позволила использовать сравнительно низкую энергию ионов 200 кэВ. При этом необходимо уточнить, что данный способ уничтожения молекул не дает абсолютного подавления, а лишь ослабляет молекулярный фон примерно в 10^6 раз относительно современного уровня ^{14}C .

7. Магнитные спектрометры на постоянных магнитах. В MICADAS для создания магнитного поля в спектрометрах используются постоянные магниты. Это позволяет избавиться от источников питания обмоток, системы охлаждения обмоток и снизить потребление электроэнергии. В номинальном режиме MICADAS потребляет 2,5 кВт. После второго магнита происходит регистрация токов $^{12}\text{C}^+$ и $^{13}\text{C}^+$ цилиндрами Фарадея. Далее ионы $^{14}\text{C}^+$ попадают в электростатический анализатор, который позволяет избавиться от разброса энергий, возникшего в результате прохождения пучка через перезарядную мишень.

8. Ионизационный детектор ^{14}C . В MICADAS для регистрации ионов используется газовый ионизационный детектор полного поглощения. Рабочий газ – чистый изобутан с рабочим давлением 14 мбар. Камера детектора отделена от вакуума ускорителя окном из нитрида кремния толщиной 50 нм. В детекторе производится продольный сбор первичной ионизации без газового усиления. Выходные импульсы усиливаются малошумящим встроенным предусилителем. Данный детектор является простым счетчиком ^{14}C . В отличие от полупроводниковых детекторов аналогичного функционала, детектор MICADAS обладает существенно большей радиационной стойкостью, то есть параметры детектора не деградируют с ростом набранного числа ^{14}C .

9. Программное обеспечение. Система управления MICADAS имеет очень высокую степень автоматизации, что сильно упрощает настройку измерения ^{14}C и облегчает эксплуатацию машины. Измерения могут производиться круглосуточно в автоматическом режиме без участия оператора. Установка MICADAS не требует выключения, поэтому все источники питания постоянно включены и находятся в номинальном режиме работы. Это позволяет получить высокую стабильность измерений и производительность. Данные, полученные во время измерения, обрабатываются с использованием программного обеспечения BATS (v. 4.30). Обработка включает нормализацию данных, автоматические коррекции для образцов-бланков, стандартизированных образцов, учитывает фракционирование изотопов и систематические эффекты, возникающие во время измерения.

В 2022 году ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» успешно прошел неформальную международную сертификацию своей деятельности. В сентябре 2022 года в Цюрихе (Швейцария) состоялась научная конференция, на которой были подведены результаты «всемирного экзамена» датировочных лабораторий The Glasgow International Radiocarbon Intercomparison (GIRI), занимающихся ускорительной масс-спектрометрией (УМС). Из 146 мировых ускорительных масс-спектрометров в конкурсе принимали участие 70 лабораторий, и только 55 лабораторий, включая ЦКП «УМС НГУ-ННЦ», успешно его прошли. Данные о радиоуглеродном датировании 17 различных образцов GIRI – китовой кости, гуминовых кислот, ячменной шелухи, целлюлозы, древесины – показали 100 % попадание в «ответы экзаменационных задач».

Подводя итоги, можно сказать, что начатая несколько лет назад работа в ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» набирает обороты: помимо самостоятельно проводимых научных исследований сотрудники выполняют совместные работы со множеством научных организаций различного профиля и учреждениями культуры, а также участвуют в образовательной деятельности – ведут курсы по радиоуглеродному датированию и изотопному анализу для студентов НГУ и прово-

дят мастер-классы по указанным направлениям. В перспективе планируется создание курса по ускорительной масс-спектрометрии, включающего в том числе лабораторный практикум для студентов.

Список литературы

1. Алиновский Н. И., Гончаров А. Д., Ключев В. Ф., Константинов С. Г., Константинов Е. С., Крючков А. М., Пархомчук В. В., Петриченков М. В., Растигеев С. А., Рева В. Б. Ускорительный масс-спектрометр СО РАН // Журнал технической физики. 2009. Т. 79, № 9. С. 107–111.
2. Parkhomchuk V. V., Rastigeev S. A. Accelerator mass spectrometer of the center for collective use of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences // Journal of Surface Investigation. 2011. Vol. 5, iss. 6. Pp. 1068–1072.
3. Пархомчук В. В., Петрожицкий А. В., Растигеев С. А. Селекция ионов в ускорительном масс-спектрометре ИЯФ СО РАН // Письма в журнал “Физика элементарных частиц и атомного ядра”. 2012. Т. 9, № 4–5. С. 729.
4. Lysikov A. I., Kalinkin P. N., Sashkina K. A., Okunev A. G., Parkhomchuk E. V., Rastigeev S. A., Parkhomchuk V. V., Kuleshov D. V., Vorobyeva E. E., Dralyuk R. I. Novel simplified absorption-catalytic method of sample preparation for AMS analysis designed at the Laboratory of Radiocarbon Methods of Analysis (LRMA) in Novosibirsk Akademgorodok // International Journal of Mass Spectrometry. 2018. Vol. 433. P. 11–18.
5. Parkhomchuk E. V., Gulevich D. G., Taratayko A. I., Baklanov A. M., Selivanova A. V., Trubitsyna T. A., Voronova I. V., Kalinkin P. N., Okunev A. G., Rastigeev S. A., Reznikov V. A., Semeykina V. S., Sashkina K. A., Parkhomchuk V. V. Ultrasensitive detection of inhaled organic aerosol particles by accelerator mass spectrometry // Chemosphere. 2016. Vol. 159. P. 80–88.
6. Пархомчук Е. В., Петрожицкий А. В., Игнатов М. М., Кулешов Д. В., Калинин П. Н., Прокопьева Е. А., Кутнякова Л. А., Пархомчук В. В. Ускорительная масс-спектрометрия для биомедицинских приложений (краткий обзор) // Траектория исследований – человек, природа, технологии. 2022. Т. 1, № 1. С. 61–77.
7. Прокопьева Е. А., Пархомчук Е. В., Соболев И. А., Шестопапов А. М. Разработка нового метода диагностики вирус-клеточного взаимодействия с помощью ускорительной масс-спектрометрии // Современные проблемы науки и образования. 2019. № 1.
8. 1) Метод определения сверхнизких концентраций вирусов для диагностики in vitro и in vivo. Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ №44 от 29.12.2020 г. 2) Способ пробоподготовки биоорганических образцов. Патент РФ № 2560066, опубл. 20.08.2015, Бюл. № 23. 3) Метод пробоподготовки биоорганических образцов. Патент РФ № 2574738, опубл. 10.02.2016, Бюл. № 4. 4) Метод диагностики вирусов и вирусных инфекций. Патент РФ № 2759906, опубл. 18.11.2021 Бюл. № 32.
9. Wacker L., Němec M., Bourquin J. A revolutionary graphitisation system: Fully automated, compact and simple // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2010. Vol. 268. Pp. 931–934.
10. Synal H.-A., Stocker M., Suter M. MICADAS: A new compact radiocarbon AMS system // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2007. Vol. 259. Pp. 7–13.
11. Fahrni S. M., Wacker L., Synal H. A., Szidat S. Improving a gas ion source for ^{14}C AMS // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2013. Vol. 294. Pp. 320–327.

References

1. **Alinovsky N. I., Goncharov A. D., Klyuev V. F., Konstantinov S. G., Konstantinov E. S., Kryuchkov A. M., Parkhomchuk V. V., Petrichenkov M. V., Rastigeev S. A., Reva V. B.** Accelerator mass spectrometer for the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. *Technical Physics*, 2009, vol. 54, iss. 9, pp. 1350–1354. (in Russ.)
2. **Parkhomchuk V. V., Rastigeev S. A.** Accelerator mass spectrometer of the center for collective use of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. *Journal of Surface Investigation*, 2011, vol. 5, iss. 6, pp. 1068–1072.
3. **Rastigeev S. A., Frolov A. R., Goncharov A. D., Klyuev V. F., Konstantinov E. S., Kutnykova L. A., Parkhomchuk V. V., Petrozhitskii A. V.** Development of the BINP AMS complex at CCU SB RAS. *Problems of Atomic Science and Technology*, 2012, iss. 3, pp. 188–190. (in Russ.)
4. **Lysikov A. I., Kalinkin P. N., Sashkina K. A., Okunev A. G., Parkhomchuk E. V., Rastigeev S. A., Parkhomchuk V. V., Kuleshov D. V., Vorobyeva E. E., Dralyuk R. I.** Novel simplified absorption–catalytic method of sample preparation for AMS analysis designed at the Laboratory of Radiocarbon Methods of Analysis (LRMA) in Novosibirsk Akademgorodok. *International Journal of Mass Spectrometry*, 2018, vol. 433, pp. 11–18.
5. **Parkhomchuk E. V., Gulevich D. G., Taratayko A. I., Baklanov A. M., Selivanova A. V., Trubitsyna T. A., Voronova I. V., Kalinkin P. N., Okunev A. G., Rastigeev S. A., Reznikov V. A., Semeykina V. S., Sashkina K. A., Parkhomchuk V. V.** Ultrasensitive detection of inhaled organic aerosol particles by accelerator mass spectrometry. *Chemosphere*, 2016, vol. 159, pp. 80–88.
6. **Parkhomchuk E. V., Petrozhitskiy A. V., Ignatov M. M., Kuleshov D. V., Kalinkin P. N., Prokopyeva E. A., Kutnyakova L. A., Parkhomchuk V. V.** Accelerator mass–spectrometer for biomedical applications (short review), 2022, vol. 1, iss. 1, pp. 61–77. (in Russ.)
7. **Prokopyeva E. A., Parkhomchuk E. V.** Accelerator mass–spectrometer for detecting ultra–low concentration of viral particles, labelled by radiocarbon. *Research trajectory – human, nature, technologies*, 2022, vol. 1, iss. 1, pp. 61–77. (in Russ.)
8. 1) Method for determination of ultra–low concentrations of viruses for in vitro and in vivo diagnostics. Registration certificate KNOW-HOW No. 44 dd December 29, 2020. 2) Method for sample preparation of bioorganic samples. Ru Patent No. 2560066, publ. 08/20/2015, Bull. no. 23. 3) Method of sample preparation of bioorganic samples. Ru Patent No. 2574738, publ. 02/10/2016, Bull. No. 4. 4) Method for diagnosing viruses and viral infections. Ru Patent No. 2759906, publ. 11/18/2021 Bull. No. 32. (in Russ.)
9. **Wacker L., Němec M., Bourquin J.** A revolutionary graphitisation system: Fully automated, compact and simple. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2010, vol. 268, pp. 931–934.
10. **Synal H.-A., Stocker M., Suter M.** MICADAS: A new compact radiocarbon AMS system. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2007, vol. 259, pp. 7–13.
11. **Fahrni S. M., Wacker L., Synal H. A., Szidat S.** Improving a gas ion source for ^{14}C AMS. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2013, vol. 294, pp. 320–327.

Информация об авторах

Василий Васильевич Пархомчук, академик РАН, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия), профессор, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Алексей Валентинович Петрожицкий, научный сотрудник, Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия), Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Михаил Михайлович Игнатов, ведущий инженер, Институт археологии и этнографии СО РАН (Новосибирск, Россия), Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Екатерина Васильевна Пархомчук, кандидат химических наук, директор ЦКП, доцент кафедры физической химии, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Information about the Authors

Vasiliy V. Parkhomchuk, Academician of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Chief Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russia), Professor, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Alexey V. Petrozhitsky, Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russia), Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Mikhail M. Ignatov, Leading Engineer, Institute of Archeology and Ethnography SB RAS (Novosibirsk, Russia), Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Ekaterina V. Parkhomchuk, Candidate of Chemical Sciences, Director of the Central Collective Use Center, Associate Professor of the Department of Physical Chemistry, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

*Статья поступила в редакцию 21.01.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022;
принята к публикации 12.07.2022*

*The article was submitted 21.01.2022; approved after reviewing 15.06.2022;
accepted for publication 12.07.2022*

Учебно-методическая статья
УДК 620.3, 544, 378
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-102-108

**Кафедра нанокompозитных материалов
Новосибирского государственного университета
(физический факультет, факультет естественных наук)**

**Михаил Рудольфович Предтеченский¹
Александр Александрович Хасин²**

Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

¹m.predtechenskii@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2260-4967>

²khasin.aa@ocsial.com, <https://orcid.org/0000-0002-1304-5043>

Аннотация

В статье представлена кафедра нанокompозитных материалов Новосибирского государственного университета. Рассказывается об истории создания кафедры, а также читатель узнает некоторые основные сведения о коллективе кафедры и особенностях преподаваемых курсов.

Ключевые слова:

одностенные углеродные нанотрубки, нанокompозитные материалы

Для цитирования:

Предтеченский М. Р., Хасин А. А. Кафедра нанокompозитных материалов Новосибирского государственного университета (физический факультет, факультет естественных наук) // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 102–108. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-102-108

**Department of Nanocomposite Materials
of Novosibirsk State University
(Physics Department, Department of Natural Sciences)**

**Mikhail R. Predtechenskiy¹
Alexander A. Khasin²**

Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russia

¹m.predtechenskii@g.nsu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2260-4967>

²khasin.aa@ocsial.com, <https://orcid.org/0000-0002-1304-5043>

Abstract

The article presents the department of nanocomposite materials of the Novosibirsk State University, describing the history of its creation. The reader can also find here some general information about the staff and the courses taught.

Keywords:

Single walled carbon nanotubes, nanocomposite materials

For citation:

Predtechenskiy M. R., Khasin A. A. Department of Nanocomposite Materials of Novosibirsk State University (Physics Department, Department of Natural Sciences). *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3. pp. 102–108. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-102-108

© Предтеченский М. Р., Хасин А. А., 2022

Введение

Кафедра нанокompозитных материалов обеспечивает преподавание дисциплин магистерской программы «Нанокompозитные материалы», реализуемой на физическом факультете (направление 03.04.02 – «Физика») и факультете естественных наук (направление 04.04.01 – «Химия»).

Магистерская программа «Нанокompозитные материалы» – это совместный проект Новосибирского государственного университета и компании OCSiAl, крупнейшего в мире производителя графеновых нанотрубок, входящего в глобальные списки компаний-единорогов с капитализацией более миллиарда долларов (<https://ocsial.com/ru/>).

OCSiAl – это более 90 % мирового производства одностенных углеродных нанотрубок, а также крупный исследовательский центр, разрабатывающий технологии использования таких нанотрубок для получения новых композиционных материалов.

О кафедре и магистерской программе

С начала работы кафедры нанокompозитных материалов 27 марта 2017 года 31 магистрант уже успешно защитил выпускные работы и еще одиннадцать магистрантов продолжают обучение. Восемь магистрантов первых трех выпусков магистерской программы «Нанокompозитные материалы» уже работают в OCSiAl, несколько выпускников программы получили такое приглашение в прошлом году. При этом OCSiAl содействует трудоустройству всех выпускников программы, рекомендуя их предприятиям, которые работают с нанокompозитами в различных отраслях.



Рис. 1. Выпускной вечер кафедры нанокompозитных материалов в 2019 году
Fig. 1. Graduation party of the Department of Nanocomposite Materials in 2019

Руководитель магистерской программы, заведующий кафедрой, академик РАН, доктор физико-математических наук Предтеченский Михаил Рудольфович – основатель компании OCSiAl и автор единственной в мире технологии промышленного синтеза одностенных угле-

родных (графеновых) нанотрубок. Специалист с мировым именем в ряде областей, таких как синтез наноматериалов, теплофизика, физика плазмы, молекулярная физика, высокотемпературная сверхпроводимость, физика тонких пленок. Автор более 300 научных публикаций и более 50 патентов.

Особенность магистерской программы «Нанокompозитные материалы» в том, что она междисциплинарна – здесь готовят уникальных специалистов на стыке областей физики и химии, обладающих квалификацией в сфере разработки нанокompозиционных материалов, что широко востребовано во всем мире. Во время обучения студенты кафедры работают в лабораториях OCSiAl. Одностенные углеродные нанотрубки – наиболее перспективные наноаддитивы, позволяющие повышать прочностные характеристики самых разнообразных материалов, а также придавать им новые функциональные свойства, прежде всего электропроводность.

Уже во время дипломной практики магистранты участвуют в решении актуальных задач современного материаловедения и в разработке технологий использования графеновых нанотрубок сотнями промышленных партнеров OCSiAl, среди которых крупнейшие международные компании из всевозможных областей: от строительных материалов до электроники. В процессе обучения по программе «Нанокompозитные материалы» магистранты получают обширные теоретические и практические знания об углеродных наноматериалах, их свойствах и методах использования. Кроме того, они изучают смежные области современного материаловедения, что расширяет сферу их компетенций и открывают перспективы будущего роста. Сюда, помимо прочего, входят технологии материалов для литий-ионных аккумуляторов, резиновых композиций, композиционных материалов на основе термопластов и реактопластов.

Сфера применения графеновых нанотрубок как универсального аддитива, улучшающего свойства более 70 % базовых материалов, стремительно расширяется, и спрос на специалистов этого направления будет только повышаться.

Структура программы и кадровый состав

Учебная программа, направленная на подготовку уникальных специалистов, востребованных на глобальном рынке, разработана под руководством академика РАН Михаила Рудольфовича Предтеченского, автора единственной в мире технологии промышленного синтеза SWNT. Сегодня OCSiAl является одной из самых опытных команд в мировой индустрии наноматериалов.

Задача кафедры состоит в подготовке специалистов для создания фундаментальных основ формируемой сегодня инновационной промышленной отрасли нанокompозитных материалов: их получения, исследования их свойств и применения.

Для создания магистерской программы «Нанокompозитные материалы» и разработки учебных курсов были привлечены ведущие сотрудники OCSiAl, резиденты Технопарка Новосибирского Академгородка и институтов Сибирского отделения РАН, которые подготовили и читают специализированные курсы:

Первый семестр

- «Нанокompозитные материалы: нанотрубки, фуллерены, графен», читает канд. хим. наук, доц. В. Л. Кузнецов;
- «Диагностика структуры углеродных наноматериалов», читают д-р физ.-мат. наук, проф. А. В. Окотруб, канд. физ.-мат. наук А. П. Асанов;
- «Основы моделирования и расчета химического и теплообменного оборудования», читает д-р техн. наук, проф. А. Н. Загоруйко;
- «Нанокompозитные материалы для электрохимической энергетики», читает д-р хим. наук, проф. Н. Ф. Уваров;

- «Конструирование», читает М. С. Бондарь;
- «Физическая химия композитных материалов», читает канд. техн. наук, доц. Е. С. Ананьева.

Второй семестр

- «Введение в структурный анализ нанокристаллов», читают д-р физ.-мат. наук, проф. С. В. Цыбуля, канд. физ.-мат. наук Д. А. Яценко;
- «Методы исследования свойств композитных материалов», читает канд. техн. наук, доц. Е. С. Ананьева;
- «Конструирование», читает М. С. Бондарь.

Третий семестр

- «Физика процессов тепло- и массообмена», канд. физ.-мат. наук, доц. Д. Ю. Дубов;
- «Методы испытания полимерных композитных материалов», читает канд. техн. наук Е. Н. Куликов;
- «Процессы переноса в многофазных средах и наножидкостях», читает д-р физ.-мат. наук, проф. В. Я. Рудяк.

С первого по четвертый семестры магистранты, проходящие научно-исследовательскую практику в OCSiAl, участвуют в работе научного семинара «Актуальные проблемы химической физики углеродных нанотрубок», председатель семинара – заведующий кафедрой, академик РАН М. Р. Предтеченский.

Студенты, выбравшие кафедру нанокompозитных материалов, имеют возможность проходить научно-исследовательскую практику в лабораториях OCSiAl, расположенных в Технопарке Новосибирского Академгородка, под руководством ведущих специалистов компании на высокотехнологичном современном оборудовании. Помимо лабораторного и аналитического оборудования OCSiAl обладает опытно-промышленными участками: технологическим комплексом производства одностенных углеродных нанотрубок TUBALL, комплексом оборудования для производства суспензий и мастербатчей, центром прототипирования электрохимических источников тока (центрами прототипирования композиционных материалов на основе термопластов, реактопластов, эластомеров, красок и покрытий), а также комплексом оборудования для испытания физико-механических свойств и динамических механических свойств композиционных материалов.



Рис. 2. Центр прототипирования эластомеров

Fig. 2. Prototyping center



Рис. 3. Химическая лаборатория

Fig. 3. Chemical laboratory

Темы диссертационных работ

Примеры тем диссертационных работ выпускников кафедры в 2019–2021 годах:

- «Исследование влияния модификации анодов литий-ионных аккумуляторов композиционным материалом на основе Si и ОУНТ»
- «Исследование характеристик углеродных нанотрубок, имеющих различные типы проводимости»
- «Исследование структуры одностенных углеродных нанотрубок методами рентгеновской дифракции и просвечивающей электронной микроскопии»
- «Экспериментальное изучение свойств цементных растворов, модифицированных одностенными углеродными нанотрубками»
- «Влияние типа и строения адсорбированного модификатора на изменение электронной структуры ОУНТ»
- «Экспериментальное изучение вязкости и реологии дисперсий с одностенными углеродными нанотрубками»
- «Ковалентная функционализация углеродных нанотрубок для введения в полиамиды»
- «Влияние одностенных углеродных нанотрубок на физико-механические свойства резины на основе натурального каучука»
- «Влияние методов диспергирования на электрические и механические свойства полимеров с углеродными нанотрубками».

Для студентов

Обучение по программе «Нанокompозитные материалы» – это:

- повышенная стипендия (студенты, выполняющие научно-исследовательскую работу в лабораториях OCSiAl, получают дополнительную стипендию – до 45 000 рублей в месяц);
- участие в исследовательских проектах совместно с компаниями – мировыми лидерами в области композиционных материалов;
- уникальная специальность, востребованная на глобальном рынке;

- возможность строить карьеру в международной компании;
- практика в лабораториях с самым современным оборудованием;

Лучшие выпускники смогут продолжить карьеру в международной компании-лидере в области графеновых нанотрубок.

Согласно Положению о кафедре, кафедра обеспечивает учебный процесс на факультете естественных наук и физическом факультете и осуществляет подготовку обучающихся по программам высшего образования (до 15 человек в год) в порядке конкурсного отбора, который утверждается приемной комиссией кафедры.

Для поступления на кафедру необходимо поступить в магистратуру физического факультета или факультета естественных наук и выбрать для обучения кафедру нанокompозитных материалов (магистерская программа «Нанокompозитные материалы»).

Если студент по какой-либо причине не имеет права на бюджетное место, то компания OCSiAl может оплатить обучение студенту за весь период обучения в магистратуре по результатам собеседования с заведующим кафедрой.

Заключение

Дополнительную информацию о кафедре, читатель может найти на сайте кафедры: <https://fen.nsu.ru/fen.phtml?topic=ocsial> (ФЕН) или <https://www.nsu.ru/n/physics-department/departments/kafedra-nanokompozitnyh-materialov/> (ФФ).

Страница кафедры в социальной сети ВКонтакте: <https://vk.com/kafnkm>.

По всем вопросам читатель может обратиться к заместителю заведующего кафедрой, доктору хим. наук Александру Александровичу Хасину (e-mail: khasin.aa@ocsial.com) или секретарю Анне Владимировне Голавлевой (e-mail: golavleva.av@ocsial.com).

Список литературы

1. Официальный сайт OCSiAl <https://ocsial.com/ru/>
2. Графеновые нанотрубки TUBALL <https://tuball.com/ru/>
3. **Predtechenskiy M. R., Khasin A. A., Bezrodny A. E., Bobrenok O. F., Dubov D. Yu., Muradyan V. E., Saik V. O., Smirnov S. N.** New Perspectives in SWCNT Applications: Tuball SWCNTs. Part 1. Tuball by itself – all you need to know about it // Carbon Trends. 2022. Vol. 8. P. 100175. doi: 10.1016/j.cartre.2022.100175
4. **Predtechenskiy M. R., Khasin A. A., Smirnov S. N., Bezrodny A. E., Bobrenok O. F., Dubov D. Yu., Kosolapov A., Lyamysheva E. G., Muradyan V. E., Saik V. O., Shinkarev V. V., Chebochakov D. S., Galkov M. S., Karpunin R. V., Verkhovod T. D., Yudaev D. V., Myasnikova Y. S., Krasulina A., Lazarev M. S.** New Perspectives in SWCNT Applications: Tuball SWCNTs. Part 2. New Composite Materials through augmentation with Tuball // Carbon Trends. 2022. Vol. 8. P. 100176. doi: 10.1016/j.cartre.2022.100176

References

1. OCSiAl official web-site: <https://ocsial.com/ru/>
2. Graphene nanotubes TUBALL: <https://tuball.com/ru/>
3. **Predtechenskiy M. R., Khasin A. A., Bezrodny A. E., Bobrenok O. F., Dubov D. Yu., Muradyan V. E., Saik V. O., Smirnov S. N.** New Perspectives in SWCNT Applications: Tuball SWCNTs. Part 1. Tuball by itself – all you need to know about it. Carbon Trends, 2022, vol. 8, p. 100175. doi: 10.1016/j.cartre.2022.100175
4. **Predtechenskiy M. R., Khasin A. A., Smirnov S. N., Bezrodny A. E., Bobrenok O. F., Dubov D. Yu., Kosolapov A., Lyamysheva E. G., Muradyan V. E., Saik V. O., Shinkarev V. V.,**

Chebochakov D. S., Galkov M. S., Karpunin R. V., Verkhovod T. D., Yudaev D. V., Myasnikova Y. S., Krasulina A., Lazarev M. S. New Perspectives in SWCNT Applications: Tuball SWCNTs. Part 2. New Composite Materials through augmentation with Tuball. Carbon Trends, 2022, vol. 8, p. 100176. doi: 10.1016/j.cartre.2022.100176

Информация об авторах

Михаил Рудольфович Предтеченский, академик РАН, доктор физико-математических наук
WOS Research ID k-8718-2016
Scopus Author ID 6603034159

Александр Александрович Хасин, доктор химических наук.
ResearcherID: J-8452-2014
РИНЦ ID: 47905
ResearchGate ID: Alexander_Khassin
Scopus ID: 57299664400

Information about the Authors

Mikhail Rudolfovich Predtechenskiy, Academician of RAS, Doctor of Physical and Mathematical Sciences
WOS Research ID k-8718-2016
Scopus Author ID 6603034159

Alexander Aleksandrovich Khasin, Doctor of Chemical Sciences
ResearcherID: J-8452-2014
RISC ID: 47905
ResearchGate ID: Alexander_Khassin
Scopus ID: 57299664400

*Статья поступила в редакцию 10.06.2022; одобрена после рецензирования 28.06.2022;
принята к публикации 22.07.2022*

*The article was submitted 10.06.2022; approved after reviewing 28.06.2022;
accepted for publication 22.07.2022*

«Сибирский физический журнал» публикует обзорные, оригинальные и дискуссионные статьи, посвященные научным исследованиям и методике преподавания физики в различных разделах науки, соответствующих направлениям подготовки на кафедрах физического факультета НГУ. Журнал издается на русском языке, однако возможна публикация статей иностранных авторов на английском языке.

1. Очередность публикации статей определяется их готовностью к печати. Рукописи, оформленные без соблюдения правил, к рассмотрению не принимаются.

Вне очереди печатаются краткие сообщения (не более четырех журнальных страниц), требующие срочной публикации и содержащие принципиально новые результаты научных исследований, проводимых в рамках тематики журнала.

Рекламные материалы публикуются при наличии гарантии оплаты, устанавливаемой по соглашению сторон.

2. В журнале печатаются результаты, ранее не опубликованные и не предназначенные к одновременной публикации в других изданиях. Публикация не должна нарушить авторского права других лиц или организаций.

Направляя свою рукопись в редакцию, авторы автоматически передают учредителям и редколлегии права на издание данной статьи на русском или английском языке и на ее распространение в России и за рубежом. При этом за авторами сохраняются все права как собственников данной рукописи. В частности, согласно международным соглашениям о передаче авторских прав за авторами остается право копировать опубликованную статью или ее часть для их собственного использования и распространения внутри учреждений, сотрудниками которых они являются. Копии, сделанные с соблюдением этих условий, должны сохранять знак авторского права, который появился в оригинальной опубликованной работе. Кроме того, авторы имеют право повторно использовать весь этот материал целиком или частично в компиляциях своих собственных работ или в учебниках, авторами которых они являются. В этих случаях достаточно включить полную ссылку на первоначально опубликованную статью.

3. Направлять рукописи в редакцию авторам рекомендуется по электронной почте либо приносить в редакцию электронную версию (в форматах MS WORD – *.doc, или *.docx, или *.rtf) на диске или флэш-памяти. Такая отправка исходных материалов значительно ускоряет процесс рецензирования.

Авторам предлагается посылать свои сообщения в наиболее сжатой форме, совместимой с ясностью изложения, в совершенно обработанном и окончательном виде, предпочтительно без формул и выкладок промежуточного характера и громоздких математических выражений. Не следует повторять в подписях к рисункам пояснений, уже содержащихся в тексте рукописи, а также представлять одни и те же результаты и в виде таблиц, и в виде графиков.

Рекомендованный объем присылаемых материалов: обзорные статьи – до 25-ти страниц, оригинальные материалы – до 12-ти страниц, краткие сообщения – до 4-х страниц. В любом случае объем рукописи должен быть логически оправданным.

Не рекомендуется предоставление электронных копий рукописей в формате LATEX. По техническим условиям издательства в этом случае рукопись будет преобразована редакцией в формат MS WORD, что может привести к значительному увеличению времени обработки рукописи и искажениям авторского текста.

Сокращений слов, кроме стандартных, применять нельзя. Все страницы рукописи должны быть пронумерованы.

4. При отправке файлов по электронной почте просим придерживаться следующих правил: указывать в поле subject (тема) название, номер журнала и фамилию автора; использовать attach (присоединение);

в случае больших объемов информации возможно использование общеизвестных архиваторов (ARJ, ZIP, RAR);

в состав электронной версии рукописи должны входить:

файл, содержащий текст рукописи со вставленными в него рисунками;

отдельные файлы с рисунками высокого качества;

файл со сведениями об авторах (полностью фамилия, имя, отчество, ученые степень и звание, место работы, служебный адрес и телефон, адрес электронной почты для оперативной связи);

файл с переводом на английский язык следующей информации: ФИО авторов, аффилиация, адрес, название статьи, аннотация, ключевые слова, подрисуночные подписи, названия таблиц.

Авторы вставляют рисунки и таблицы в текст рукописи так, как считают нужным. Рукопись обязательно должна быть подписана автором, а при наличии нескольких авторов – всеми соавторами.

Редакция обращает внимание авторов на возможность и целесообразность использования цветного графического материала.

5. В начале рукописи должны быть указаны индекс УДК, название статьи, ФИО авторов (полностью), название и почтовый адрес учреждений, в которых выполнена работа, аннотация, содержащая основные результаты и выводы работы (в английском варианте не менее 1 000 знаков, русский вариант должен соответствовать английскому), ключевые слова, сведения о финансовой поддержке работы.

Например:

УДК 29.19.37; 47.03.08

Оценка конвективного массопереноса

Иван Иванович Иванов

Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича

Сибирского отделения Российской академии наук

Новосибирск, Россия

ivan@academ.org, <https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx>

Аннотация

Ключевые слова

Благодарности

Evaluation of Convective Mass Transfer

Ivan I. Ivanov

Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics

of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

Novosibirsk, Russian Federation

ivan@academ.org, <https://orcid.org/xxxx-xxxx-xxxx-xxxx>

Abstract

Keywords

Acknowledgements

Основной текст статьи

Список литературы / References (в порядке цитирования)**Сведения об авторе / Information about the Author**

Иванов Иван Иванович, доктор физико-математических наук, профессор
Ivan I. Ivanov, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor
WoS Researcher ID
Scopus Author ID
SPIN

Подпись автора (авторов)

6. Параметры страницы: формат – А4; ориентация – книжная; поля (см): слева – 2,5; справа – 1; сверху – 2,5; снизу – 2,3; от края до нижнего колонтитула – 1,3.

7. Основной текст: стиль – «Обычный»: гарнитура (шрифт) Times New Roman (Сут), кегль (размер) 12 пунктов, абзацный отступ – 0,5 см, через 1,5 интервала, выравнивание – по ширине.

В тексте рукописи следует избегать аббревиатур, даже таких общепринятых, как ЭДС, ВТСП и т. п. Использование аббревиатур и простых химических формул в заголовках рукописей совершенно недопустимо. Следует писать: высокотемпературная сверхпроводимость, кремний, арсенид галлия и т. п., давая при необходимости соответствующую аббревиатуру или химическую формулу в тексте. Исключение могут составлять формулы сложных химических соединений. Каждое первое употребление аббревиатуры в тексте должно быть четко пояснено.

Не следует:

- производить табуляцию;
- разделять абзацы пустой строкой;
- использовать макросы, сохранять текст в виде шаблона и с установкой «только для чтения»;
- распределять текст по двум или более столбцам;
- расставлять принудительные переносы.

8. Таблицы должны иметь заголовки (на русском и английском языках). В таблицах обязательно указываются единицы измерения величин.

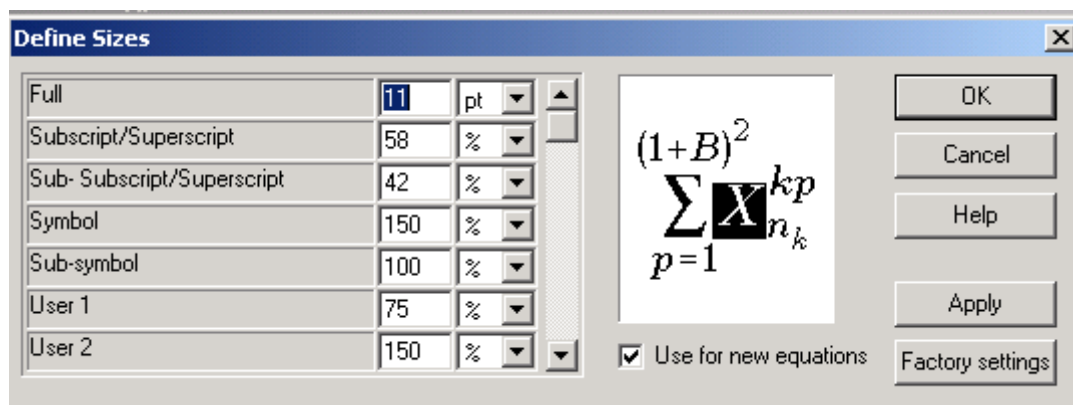
9. Число рисунков должно быть логически оправданным, качество – высоким. Файлы изображений должны находиться в том же каталоге, что и основной документ и иметь имена, соответствующие номерам рисунков в рукописи (например, 09.tif или 22a.jpg).

10. Подписи к рисункам (на русском и английском языках) в электронной версии рукописи выполняются под рисунками, точка в конце не ставится. Если имеется несколько рисунков, объединенных одной подписью, они обозначаются русскими строчными буквами: а, б, в...

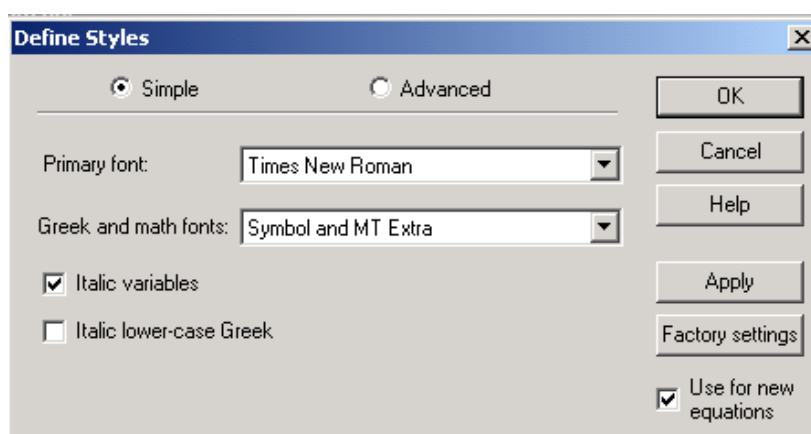
11. Формулы набираются в редакторе формул Microsoft Equation MathType в подбор к тексту или отдельной строкой по центру, **кегль 11 пт.**

Нумерация формул сквозная, в круглых скобках, прижатых к правому полю. Нумеровать следует только те формулы, на которые есть ссылки в тексте.

Настройки редактора формул



a



б

12. Библиографические ссылки. В тексте в квадратных скобках арабскими цифрами указывается порядковый номер научного труда в библиографическом списке, например: [2; 3], [4–6] и т. д. В конце рукописи помещается список литературы в порядке упоминания в рукописи. Ссылки на российские издания приводятся на русском языке и сопровождаются переводом на английский язык (в отдельной строке, но под тем же номером). Библиографическое описание публикации включает: фамилию и инициалы автора, полное название работы, а также издания, в котором опубликована (для статей), город, название издательства, год издания, том (для многотомных изданий), номер, выпуск (для периодических изданий), объем публикации (количество страниц – для монографии, первая и последняя страницы – для статьи).

Ссылки на интернет-источники, базы данных и т. п. ресурсы, не поддающиеся библиографическому описанию, оформляются в виде примечаний (сносок).

13. В конце рукописи авторы могут поместить список использованных обозначений и сокращений.

14. Возвращение рукописи на доработку не означает, что рукопись уже принята к печати. Доработанный вариант необходимо прислать в редакцию в электронном виде с соблюдением всех требований вместе с ее начальной версией, рецензией и ответом на замечания рецензента не позднее двух месяцев со дня его отсылки. В противном случае первоначальная дата поступления рукописи при публикации не указывается.

15. Решение редакционной коллегии о принятии рукописи к печати или ее отклонении сообщается авторам.

В случае приема рукописи к публикации авторы должны прислать или передать в редакцию два бумажных экземпляра рукописи. Материалы печатаются на принтере на одной стороне стандартного (формат А4) листа белой бумаги. При этом тексты рукописи в бумажной и электронной версиях должны быть идентичными.

16. К рукописи прилагаются письмо от учреждения, в котором выполнена работа, и экспертное заключение о возможности ее опубликования в открытой печати. Если коллектив авторов включает сотрудников различных учреждений, необходимо представить направления от всех учреждений.

Сообщения, основанные на работах, выполненных в учреждении (учреждениях), должны содержать точное название и адрес учреждения (учреждений), публикуемые в статье.

17. После подготовки рукописи к печати редакция отправляет авторам электронную версию статьи с просьбой срочно сообщить в редакцию электронной почтой о замеченных опечатках для внесения исправлений в печатный текст.

18. После выхода журнала статьи размещаются на сайте физического факультета НГУ, а также на сайте Научной электронной библиотеки (elibrary.ru).

Адрес редакции

Физический факультет, к. 140 главного корпуса НГУ
ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090,
редакция «Сибирского физического журнала»

тел. +7 (383) 363 44 25
physics@vestnik.nsu.ru