

Отчет о ходе реализации проекта «Система нейтронного *operando* мониторинга и диагностики материалов и интерфейсов для электрохимических накопителей энергии на ИЯУ ИБР-2»

М.В. Авдеев, И.А. Бобриков, И.В. Гапон, А.И. Иванов, В.И. Петренко, Д.В. Соловьев,
С.В. Сумников, А.В. Томчук (ЛНФ ОИЯИ, Дубна)

Д.М. Иткис (МГУ, Москва)

Ф.С. Напольский (Государственный университет «Дубна», Дубна)

Проект направлен на разработку и усовершенствование методов рассеяния нейтронов, которые позволили бы изучать структуру электрохимических границ раздела и электродных материалов различных типов в процессе их функционирования (режимы *operando* и *in situ*). Проект предполагает создание систем окружения образцов для эффективного использования нейтронной дифракции, рефлектометрии и малоуглового рассеяния в исследованиях различных типов электрохимических границ раздела и электродов, включая производство специализированных экспериментальных ячеек и окружающего оборудования для такого рода экспериментов.

Нейтронная дифракция (НД). Изготовлена и успешно испытана на дифрактометрах HRFD и RTD реактора ИБР-2 новая электрохимическая НД-ячейка для проведения дифракционных экспериментов в реальном времени по изменению кристаллической структуры электродов в процессах интеркаляции/деинтеркаляции лития. В ячейке используются специальные конструкционные материалы, что позволяет проводить расширенные *operando* исследования электродов в условиях, наиболее приближенных к существующим в реальных накопителях электрохимической энергии. Исследования выполняются совместно с дополнительными электрохимическими экспериментами и рентген-дифракционной диагностикой, проведенными в специализированной лаборатории ЛНФ.

Нейтронная рефлектометрия (НР). Проведена модификация трехэлектродной электрохимической НР-ячейки для изучения наноразмерных изменений на границах раздела тонкопленочных электродов (напыленных на массивные монокристаллические кремниевые подложки) с жидкими литийсодержащими электролитами под воздействием электрического потенциала. Достигнуто существенное улучшение рабочих характеристик, включая коллимацию нейтронного пучка, герметичность и электрические цепи (выбор материала и расположение электрода сравнения относительно рабочего электрода и противоэлектрода). Ячейка была испытана на рефлектометре GRAINS реактора ИБР-2. С целью повышения чувствительности метода НР к обнаружению и анализу тонких (~ 5 нм) слоев, образующихся на поверхности электрода в процессе работы ячейки, экспериментально исследованы различные комбинации компонентов в гетероструктуре рабочего электрода на кремниевых подложках.

Малоугловое рассеяние нейтронов (МУРН). Разработана и изготовлена специализированная ячейка для изучения наноразмерных модификаций в объемных углеродных электродах для литий-кислородных накопителей энергии. Использовано стандартное вакуумное оборудование для рентгеновских спектрометров с оптимизацией окон, а также электродных и опорных материалов для обеспечения максимального прохождения нейтронов после рассеяния в электродах на продуктах электрохимических реакций, образующих наноструктуры. Ячейка обеспечивает регулируемую непрерывную реакцию под электрическим потенциалом в смачиваемом угольном электроде и поддерживает необходимую влажность. Испытания ячейки проводятся на малоугловом дифрактометре ЮМО реактора ИБР-2.

Проект выполняется в рамках темы 04-4-1121-2015/2020 «Исследования конденсированного состояния вещества с использованием современных методов нейтронографии».