

РЭМ-2015



ХІХ РОССИЙСКИЙ СИМПОЗИУМ ПО РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И АНАЛИТИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

и

**3-я Школа молодых ученых
«Современные методы электронной и зондовой микроскопии
в исследованиях наноструктур и наноматериалов»**

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

Черноголовка • 2015

При поддержке

Российского фонда
фундаментальных исследований



Российская академия наук

Научный совет РАН по электронной микроскопии

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт
проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
Российской академии наук**

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт
кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук**

**Мероприятие проведено при финансовой поддержке Российского фонда
фундаментальных исследований, Проект № 15-02-20248**

XIX

**Российский симпозиум
по растровой электронной
микроскопии и
аналитическим методам
исследования твердых тел
и**

**3-я Школа молодых ученых
«Современные методы электронной и
зондовой микроскопии в исследованиях
наноструктур и наноматериалов»**

РЭМ - 2015

г. Черноголовка, 1 – 4 июня 2015 г.

Организационный комитет

М.В. Ковальчук – председатель, НИЦ «Курчатовский институт»

В.А. Тулин – заместитель председателя, ИПТМ РАН

В.В. Казьмирук – заместитель председателя, ИПТМ РАН

Н.А. Киселев – заместитель председателя, ИК РАН

В.М. Каневский - заместитель председателя, ИК РАН

Н.Н. Гусарова – секретарь, ИК РАН

Члены Оргкомитета

С.А. Дицман ИПТМ РАН

В.В. Кведер ИФТТ РАН

А.В. Латышев ИФП СО РАН

В.Л. Миронов ИФМ РАН

Н.А. Осипов ИПТМ РАН

А.А. Саранин ИАиПУ ДВО РАН

А.Л. Толстихина ИК РАН

Е.Б. Якимов ИПТМ РАН

Программный комитет

Е.Б. Якимов – председатель, ИПТМ РАН

А.Л. Васильев - заместитель председателя,

НИЦ «Курчатовский институт»

Члены программного комитета

А.С. Авилов ИК РАН

В.В. Артемов ИК РАН

Р.В. Гайнутдинов ИК РАН

Н.А. Киселев ИК РАН

В.И. Попенко ИМБ РАН

Э.И. Рау ИПТМ РАН

В.Н. Соколов МГУ

А.Л. Толстихина ИК РАН

В.А. Штейн-Марголина ИНБИ РАН

Оглавление

3-я Школа молодых ученых «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов»

Метод фокусированного ионного пучка и его применение

Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, А.В. Румянцев 2

Возможности конфокальной микроскопии для исследования объемных характеристик полупроводниковых материалов

В.П. Калинушкин, О.В. Уваров 4

Исследование пространственной микроструктуры пористых материалов методом трехмерной реконструкции по данным ФИП/РЭМ

А.А. Михуткин, Е.Б. Пичкур, И.А. Каратеев, Н.С. Балушкина, Г.А. Калмыков,
М.Ю. Спасенных, Н.Н. Богданович, А.М. Плешаков, А.Л. Васильев 6

Рентгеновская диагностика многослойных наноразмерных гетероструктур

Э.М. Пашаев 8

Методы трехмерной электронной микроскопии в изучение коннектомов

А.А. Полилов 10

Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия для исследования биоматериалов

Е.И. Суворова 12

I. Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений

Исследование влияния толщины оксидных наноразмерных структур титана на их мемристорные свойства

В.И. Авилов, В.А. Смирнов, О.Г. Цуканова 16

Разработка и исследование технологии наноразмерной взрывной литографии на основе фокусированных ионных пучков

О.А. Агеев, О.И. Ильин, А.А. Федотов, Н.Н. Рудык 18

Меры для калибровки растровых электронных микроскопов в широком диапазоне увеличений

В.П. Гавриленко, А.В. Заблоцкий, А.А. Кузин, А.Ю. Кузин, В.Б. Митюхляев,
П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов 20

Режимы гибридного наноскопа для проведения комплексных исследований.

В.Д. Гелевер, Е.Ю. Усачев, А.А. Манушкин 22

Моделирование работы просвечивающего электронного микроскопа на графических процессорах	
А.В. Дубинец, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, В.В. Ткачев, В.С. Плотников	24
Обзор математических моделей электронной оптики изображающих систем	
В.Я. Иванов	26
Устройство манипулирования микрообъектами для электронной микроскопии	
А.В. Иржак, В.А. Дикан, А.В. Маширов, Д.И. Захаров, В.С. Афонина, П.В. Мазаев, А.М. Жихарев, В.С. Калашников, В.В. Коледов, Н.Н. Ситников, А.В. Шеляков, В.Г. Шавров	28
Гибридный электронно-зондовый 3D нанопринтер – наноскоп	
В.В. Казьмирук, С.П. Червонобродов, И.В. Яминский	30
Оптимизация процесса совмещения в технологии электронно-лучевой литографии наноструктур	
В.В. Казьмирук, М.А. Князев, И.Г. Курганов, Н.Н. Осипов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	32
Оптимизация электростатического отклонения пучка в низковольтной электронно-зондовой системе для литографии с полем сканирования 200х200 мкм²	
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая	34
Обработка РЭМ изображений с использованием морфологической и байесовской фильтрации	
Т.С. Кириллова, В.С. Плотников, С.В. Полищук, Е.Б. Модин, К.А. Петров	36
Моделирование изображений длинноволновых неоднородностей в аморфных сплавах	
К.А. Петров, В.С. Плотников, С.В. Полищук, Т.С. Кириллова	38
Анализ сеточных структур на РЭМ-изображениях	
С.В. Полищук, К.А. Петров, Т.С. Кириллова, Е.Б. Модин	40
Аналитическое описание диаграмм эмиттанса и распределение плотности тока в пучке	
О.Д. Потапкин	42
Вторичные электроны в низковольтной установке электронно-лучевой литографии	
О.Д. Потапкин, А.А. Мельников	44
Эквивалентный цилиндр 2	
О.Д. Потапкин	46
Модификация метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD)	
Е.Б. Якимов	48

II. Растровая электронная, растровая просвечивающая электронная, ионная микроскопия, аналитические и дифракционные методы

Стимулированное облучением низкоэнергетичным электронным пучком движение дислокаций в плоскости (0001) в латерально-зарощенных пленках GaN

П.С. Вергелес, Е.Б. Якимов 52

Применение фокусированного ионного пучка для манипуляций с нанопроволоками

Р.Л. Волков, Н.И. Боргардт, Е.Б. Гордон, В.Л. Гуртовой 54

Современные методы растровой ионной микроскопии для создания оптических метаматериалов и плазмонных наноструктур

М.В. Горкунов, В.В. Артемов, О.Ю. Рогов, С.П. Палто, А.А. Ежов 56

Микропластическая деформация кремния вблизи перехода пластичность-хрупкость. РЭМ и АСМ анализ структуры и электрических свойств дефектов

В.Г. Еременко, П.С. Вергелес 58

Визуализация подповерхностных наноструктур в РЭМ и определение их положения в глубине образца

Г.С. Жданов, М.С. Ложкин 60

Метод наведенного тока в исследованиях полупроводниковых приборов большой мощности

В.А. Злобин 62

Исследование формирования сигнала, образованного истинно вторичными электронами, при низковольтном режиме работы РЭМ

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая 64

Исследования динамики формирования пленок EuO на (001) Si методом ПРЭМ

К.Г. Каратеева, Д.В. Аверьянов, И.А. Каратеев, Ю.Г. Садофьев, А.М. Токмачев, В.Г. Сторчак, А.Л. Васильев 66

Некоторые аспекты зарядки сегнетоэлектрика LiNbO_3 , обнаруженные при записи доменов электронным лучом в РЭМ

Л.С. Коханчик, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк 68

РЭМ анализ композиционных тонких пленок на основе анизотропных нанопорошков металлов

В.И. Кулинич, В.В. Коломиец, В.В. Найден, Е.И. Бубликов, Е. Г. Мунтяну 70

Морфология и структура модифицированной поверхности пленки SnO_2 методом вакуумной конденсации Ag, Au и Pd

С.Б. Куцев, А.А. Синельников, С.А. Солдатенко, С.В. Рябцев, М.А. Босых, Ключникова Е.С., Репкина А.А. 72

Сравнение значений размеров меры МШПС-2К, полученных с помощью РЭМ и ПЭМ

Ю.В. Ларионов 74

Зависимость контаминации образца в высоковакуумном РЭМ от режима сканирования Ю.В. Ларионов	76
Рассеяние электронов металлическими наночастицами в низковольтной растровой электронной микроскопии. В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров, О.Ф. Вывенко	78
Определение диффузионной длины и времени жизни неосновных носителей заряда в нитриде галлия по зависимости интенсивности катодолуминесценции от энергии электронов пучка Н.Н. Михеев, Н.А. Никифорова, М.А. Степович, S. Bauer, C. Grund, J. Helbing, M. Hocker, K. Thonke, I. Tischer	80
Новая фундаментальная матричная поправка для количественного рентгеноспектрального микроанализа Н.Н. Михеев	82
Соотношение плазменных и одноэлектронных потерь энергии для быстрых электронов, прошедших тонкую пленку вещества Н.Н. Михеев	84
Исследование влияния температурного отжига <i>in-situ</i> на микроструктуру ленты NbTi методами ПРЭМ. А.В. Овчаров, И.А. Каратеев, К.Г. Каратеева, М.Ю. Пресняков, В.В. Гурьев, С.В. Шавкин, В.С. Круглов, А.Л. Васильев	86
Исследование введенных при деформации индентором дефектов упаковки в 4H-SiC В.И. Орлов, Е.Б. Якимов	88
Тестирование полупроводниковых преобразователей бета-излучения с помощью РЭМ М.А. Поликарпов, В.Я. Панченко, Е.Б. Якимов	90
Структура и состав многослойных пленок Fe/Si Е.В. Пустовалов, А.Л. Чувилин, А.С.Гуральник, Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, В.В. Ткачев, В.С. Плотников, С.В. Ваванова, Н.Г. Галкин, Ko-Wei Lin	92
Новые возможности и перспективы методов электронной спектроскопии в сканирующем электронном микроскопе. Э.И. Рау, А.В. Гостев, С.А. Дицман, С.В. Зайцев, С.Ю. Купреенко, А.А. Татаринцев, И.О. Толстов	94
Ионная литография единичных плазмонных наноструктур в тонких слоях благородных металлов О.Ю. Рогов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов	96
Использование моделей спектров вторичной рентгеновской флуоресценции для определения условий измерений в рентгеноспектральных методах анализа вещества А.В. Романов, М.А. Степович, М.Н. Филиппов	98

Моделирование прямоугольных углублений, формируемых фокусированным ионным пучком А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт	100
Автоэмиссионные катоды на основе углеродных нанотрубок и металлических нанозондов Н.Н. Русяев, Д.А. Галимзянов	102
О возможности использования модифицированного метода наименьших квадратов для расчета пространственного распределения неосновных носителей заряда, генерированных электронным зондом в полупроводнике Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков	104
Исследования InAlAs/InGaAs/InAlAs HEMT-гетероструктур на подложках InP методами просвечивающей растровой электронной микроскопии И. Н. Трунькин, М. Ю. Пресняков, Г. Б. Галиев, Е. А. Климов, П. П. Мальцев, С. С. Пушкарёв, А. Л. Васильев	106
Структурные изменения аморфных сплавов системы Fe-Cu-Nb-Si-B (FINEMET) при изотермическом отжиге А.Н. Федорец, Е.Б. Модин, А.В. Дубинец, Е.В. Пустовалов, В.С. Плотников	108
К вопросу об определении диффузионной длины и рекомбинационной активности границ зерен в кремнии с помощью LBIC и EBIC методов Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов	110
Дисперсионный магнитный анализатор для спектроскопии энергии электронов А.Д. Шабрин, А.В. Ляликов, Б.Н. Васичев, В.П. Бегучев, И.Д. Бурлаков	112
Влияние облучения в РЭМ на дефекты упаковки в 4H-SiC Е.Б. Якимов	114

III. Сканирующая зондовая микроскопия и зондовая нанолитография

Исследование фазового состава и доменной структуры керамик $\text{Bi}_x\text{Fe}_{1-x}\text{O}_3$ методами микроскопии пьезоэлектрического отклика и дифракции обратно-рассеянных электронов Д.О. Аликин, А.П. Турыгин, Д.С. Чезганов, J.B. Walker, T. Rojas, В.Я. Шур, А.Л. Холкин	118
Исследование морфологии рельефа нанопокрyтия серебра на слюде и измерение вольт-амперных характеристик А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков, Е.А. Воронова, Н.В. Новожилов, О.В. Михайлова	120
Зарядовые состояния поверхности сегнетомягких материалов Е.В. Барабанова, О.В. Малышкина, Г.М. Акбаева	122

Атомно-силовая микроскопия пленок фуллерит-алюминий, подвергнутых термическому воздействию Л.В. Баран	124
Исследование пористой структуры материалов на основе кремния и диоксида кремния А.О. Белорус, Е.В. Мараева, С.С. Налимова, Ю.М. Спивак	126
АСМ-исследование движения стенок сегнетоэлектрических доменов под воздействием температурных и электрических полей Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, К.Л. Сорокина, А.Л. Толстихина	128
Исследование 1D и 2D- доменных структур на неполярной поверхности ниобата бария – стронция при записи в поле атомно-силового микроскопа Я.В. Боднарчук, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк	130
Определение проводимости и положения уровня Ферми в индивидуальных углеродных нанотрубках методом электростатической силовой микроскопии В.В. Болотов, Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Стецько, Ю.А. Стенькин	132
Структурообразование в ЛБ пленках преполимера полиимида Р.В. Гайнутдинов, А.Л. Толстихина, Н.Д. Степина, В.П. Склизкова, В.В. Кудрявцев	134
Измерение коэрцитивного поля и локальной проводимости тонких сегнетоэлектрических пленок $Pb(Zr, Ti)O_3$ с помощью методов сканирующей зондовой микроскопии Е.В. Гущина, М.С. Дунаевский, Л.А. Делимова	136
Эффект интерференции излучения полупроводникового ИК-лазера при взаимодействии с зондом атомно-силового микроскопа М.С. Дунаевский, П.А. Алексеев, А.А. Донцов, А.М. Моныхов, А. Baranov	138
Магнитно-силовая микроскопия планарных ферромагнитных наноструктур О.Л. Ермолаева, В.Л. Миронов	140
Фотогальванический эффект в наноразмерных пленках $BaTiO_3$ А.В. Зенкевич, Ю.А. Матвеев, К.Ю. Максимова, Р.В. Гайнутдинов, А.Л. Толстихина, В.М. Фридкин	142
Атомно-силовая микроскопия перспективных полимерных материалов Д.Д. Карамов, В.М. Корнилов, А.Н. Лачинов	144
Формирование наноразмерных структур для зондовой нанодиагностики методом фокусированных ионных пучков А.С. Коломийцев, А.Л. Громов, А.А. Шемерянкин	146
Синтез и исследование морфологии, структуры и спектральных свойств тонкопленочных полимерных нанокомпозитов ППК+S Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Озерин, С.А. Завьялов, Т.С. Журавлева	148

Определение износа методом атомно-силовой микроскопии Т.А. Кузнецова, С.А. Чижик, Т.И. Ширяева	150
Периодические изменения латеральных размеров элементарных ячеек на СТМ-изображениях пиролитического графита Р. В. Лапшин	152
Улучшенная аппроксимирующая модель петли гистерезиса для линеаризации пьезосканера зондового микроскопа Р. В. Лапшин	154
Зондовая микроскопия эпитаксиальных структур из металлов: морфология и магнитные свойства Г.М. Михайлов, Л.А. Фомин, И.В. Маликов, А.В. Черных	156
Исследование морфологии поверхности эластомеров методами электронной и зондовой микроскопии Т.И. Муравьёва, О.О.Столярова, А.В.Морозов, Р.В.Гайнутдинов, Д.Л.Загорский	158
Оценка влияния размеров зонда на параметры морфологии пленок кремния с полусферическими зёрнами (HSG-Si), получаемые методом атомно-силовой микроскопии А.В. Новак, В.Р.Новак	160
Изучение эволюции морфологии поверхности при росте пленок плазмохимического нитрида кремния посредством атомно-силовой микроскопии А.В. Новак, В.Р.Новак	162
АСМ- и диэлектрические исследования предпереходной динамики доменной структуры Г.И. Овчинникова, И.Ю. Полякова, А.П. Еремеев, Е.С. Иванова, Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, А.Л. Толстихина	164
Туннельная микроскопия слоистых кристаллов GaSe А.М. Пашаев, Б.Г. Тагиев, Р.А.Ибрагимов, А.А. Сафарзаде	166
Исследование мемристорной структуры на основе вертикально ориентированных углеродных нанотрубок с использованием сканирующей зондовой микроскопии М.В. Рубашкина, Ю.Ф. Блинов, В.А. Смирнов, О.А. Агеев, В.В. Полякова	168
Влияние нанодисперсной фазы на морфологию поверхности полимерных мембран Т.С. Сазанова, О.Н. Шарыгина, И.В. Воротынцев	170
Особенности изменения рельефа поверхности холестерических пленок циклосилоксановых олигомеров при нагревании О.В. Сеницына, Г.Б. Мешков, А.Ю. Бобровский, И.В. Яминский, В.П. Шибаев	172

Силовая и электрическая нанолитография с помощью сканирующего зондового микроскопа	
А.Г. Темирязов	174
АСМ-исследование доменной структуры водородосодержащих сегнетоэлектрических кристаллов с профильным распределением примеси	
А.Л. Толстихина, Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, А.К. Лашкова, И.Ф. Кашевич, В.Н. Шут, С.Е. Мозжаров	176
Роль величины туннельного промежутка и орбитальной структуры зонда в сканирующей туннельной микроскопии атомарного разрешения	
А.Н. Чайка, В.Н. Семенов, С.С. Назин, Н.Н. Орлова, В.Ю. Аристов, С.И. Божко, О. Lübben, S.A. Krasnikov, B.E. Murphy, K. Radican, I.V. Shvets, V. Grushko, A. Chepugov, N. Novikov, E. Mitskevich, O. Lysenko	178
Применение атомно-силовой микроскопии к изучению строения поверхности пленок оксидов тантала и ниобия	
А. М. Шульга, К.В. Степанова, А.Н. Кокатев, Н.М. Яковлева	180
Исследование формирования микро- и нанодоменных структур в одноосных сегнетоэлектриках методами сканирующей зондовой микроскопии	
В.Я. Шур	182

IV. Применение сканирующей электронной и зондовой микроскопии в физике, материаловедении, микроэлектронике и нанотехнологиях

Зависимость роста тонких плёнок металла от технологических параметров их формирования	
И.Б. Аксенов, Г.Р. Насибуллова	186
Микроскопия электрохимических деформаций коммерческих литий ионных аккумуляторов	
Д.О. Аликин, А.В. Иевлев, А.П. Турыгин, С. Лучкин, В.Я. Шур, С. Калинин и А.Л. Холкин	188
Синтез и изучение свойств наноразмерных термитов $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}$	
Е.С. Афанасенкова, Н.Г. Березкина, А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, В.В. Артемов, А.Ю. Долгобородов, В.Г. Кириленко, А.Н. Стрелецкий, Г.А. Воробьева, А.А. Шевченко, О.М. Жигалина	190
Наноразмерный гидрид титана	
Е.С. Афанасенкова, Н.Г. Березкина, А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Б.В. Кудров, А.А. Мазилкин	192
Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ градиентно-упрочненной инструментальной стали	
Л.Е. Афанасьева, И.А. Барабонова, Г.В. Раткевич, А.А. Румянцев, Д.А. Русаков ..	194

Разработка технологии изготовления кремниевых полосковых волноводов с дифракционными решетками и 2D фотонными кристаллами	
М.Ю. Барабаненков, А.Ф. Вяткин, В.Т. Волков, А.Н. Грузинцев, А.И. Ильин, О.В. Трофимов	196
Влияние плазменной обработки на микроструктуру тонких пленок SnS, полученных методом «горячей стенки»	
С.А. Башкиров, В.Ф. Гременок, А.Н. Петлицкий, С.В. Шведов, В.В. Цыбульский, Д.Е. Ёщик, С.П. Зимин	198
Структурные особенности нанокристаллических arc-PVD покрытий TiN-Ni	
Д.С. Белов, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, Т.Ф. Петрова, Е.С. Фёдорова	200
Морфологические особенности гетероструктур Si/SiO₂(Cu)	
Е.К. Белоногов, Е.Ю. Канюков, Д.В. Якимчук, Т.Л. Тураева, С.Е. Демьянов	202
Исследование ультратонких пленок C60 при помощи сканирующей туннельной микроскопии	
С.И.Божко, Е.А.Левченко	204
Изменение структуры и морфологии МУНТ при облучении ионами Ag⁺	
В.В. Болотов, Е.В. Князев, С.Н. Поворознюк, Ю.А. Стенькин	206
Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии гибридных структур на основе макропористого кремния и многостенных углеродных нанотрубок.	
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, Е.В. Князев, В.Е. Росликов, Ю.А. Стенькин	208
Исследование поверхности кремния после микрообработки низкоэнергетическим ленточным электронным потоком	
М.А. Бондаренко, Ю.Ю. Бондаренко, О.В. Свиридова	210
Исследование структуры нанокомпозитов медь/пористый кремний методом растровой электронной микроскопии	
А.В. Бондаренко, В.П. Бондаренко, Л.Н. Долгий, К.И. Абрамов, А.Н. Петлицкий, В.А. Пилипенко, С.В. Шведов, В.В. Цыбульский	212
Исследование структуры и физико-химических свойств кристаллов диоксида циркония стабилизированного различными оксидами редких земель	
М.А. Борик, В.Т. Бублик, А.В. Кулебякин, Е.Е. Ломонова, Ф.О. Милович, В.А. Мызина, Н.Ю. Табачкова	214
О форме оксидных включений в литом вольфраме	
Г.С. Бурханов, В.М. Кириллова, В.В. Сдобырев, В.А. Дементьев, А.А. Манаков	216

Атомно – силовая микроскопия агрегации микро и наночастиц Х.Х.Валиев, Б.В.Бошенятов, Ю.Н.Карнет, М.С.Паршина, Н.С.Снегирева, О.Б.Юмашев, Ю.Г.Яновский	218
Исследование методом просвечивающей растровой электронной микроскопии различных типов структур одномерных кристаллов CuI и фазовых переходов в мета-нанотрубках 1D@ОСУНТ А.В. Васильев, А.С. Кумсков, В.Г. Жигалина, А.А. Елисеев, Н.А. Киселев	220
Изучение локальной структуры и состава иттриевых ферритов-гранатов А.А. Вирюс, Т.П. Каминская, В.В. Коровушкин, М.А. Степович, М.Н. Шипко	222
АСМ-исследование эпитаксиальных слоев Au на сапфире В.П. Власов, А.Э. Муслимов, А.В.Буташин, А.Б.Колымагин, Е.А.Данилина, В.М. Каневский	224
Растровая электронная микроскопия пористого кремния, полученного методом ионной имплантации В.В. Воробьев, Ю.Н. Осин, Д.А. Таюрский, А.Л. Степанов	226
РЭМ и АСМ анализ сульфатцеллюлозных композитов с нано-и микродобавками М.Э. Вылегжанина, С.А. Алексеева, А.А. Кутин, А.Я. Волков, М.А. Пашков, Суханова Т.Е	228
Анализ элементного состава тонких пленок методом ЭДС Б.М. Галиуллин	230
Электронно-микроскопическое исследование заполнения низкоразмерных канавок и отверстий электролитическим никелем И.В. Гасенкова, И.М. Андрухович	232
Исследование морфологии и структуры первапорационных мембран с тубулярными гидросиликатными наночастицами Г.Н. Губанова, Т.Е. Суханова, М.Э. Вылегжанина, С.В. Кононова	234
Модификация металлических наноструктур с помощью ионных пучков С.А. Гусев, Н.С. Гусев, Ю.В. Петров, Н.В. Смирнов, Д. А. Татарский	236
Электронная микроскопия монокристаллических пленок твердого раствора висмут – сурьма, полученных методом зонной перекристаллизации под покрытием Е.В. Демидов, В.М. Грабов, В.А. Комаров, Н.С. Каблукова, А.Н. Крушельницкий, С.В. Сенкевич	238
Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии морфологии пленок MoO₃ С.В. Денисюк, О.Н. Куданович, Э.Э. Колесник	240

Контраст изображения в РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов с селекцией по энергии Д.М. Долгинцев, В.А. Полищук, В.П. Пронин	242
Сравнение кинетических (катодолюминесцентных, эмиссионных и зарядовых) характеристик диэлектриков при электронном облучении Е. Н. Евстафьева, И. А. Девятков, И. Н. Крупатин, Э. И. Ray, А. А. Татаринцев	244
Наночастицы и нанокompозитные материалы на основе диоксида кремния функционализированного производными п-трет-бутилтиакаликс[4]арена В.Г. Евтюгин, В.В. Горбачук, И.И. Стойков, Ю.Н. Осин	246
Анализ структуры тригонального карбида хрома в белом чугуна М.А. Ермаков, Хосен Ри, Э.Х. Ри, В.В. Воробьев	248
Морфология поверхности электроспиннинговых матов после различной обработки по данным РЭМ В.Г. Жигалина, Ив.И. Пономарев, О.М. Жигалина, И.И. Пономарев	250
Применение ионных пучков для изучения структуры порошка цинка О.М. Жигалина, В.Г.Жигалина, А.Л.Чувилин, Д.Н.Хмеленин, Н.Г.Березкина, А.Н.Жигач, Е.С.Афанасенкова, И.А.Лейпунский, М.Л.Кусков	252
Исследование продуктов термической деструкции ионной жидкости методом РЭМ О.Е. Журавлев, А.И. Иванова, Р.М. Гречишкин	254
Получение и стабильность нанопроволок Д.Л. Загорский, В.В. Артемов, В.В. Коротков, Д.А. Парфенов, Е.В. Антонов	256
Дифракционные отражающие решетки А.Р.Закирова, З.С.Гибалина, К.С.Коренной	258
Исследование нанокompозитов на основе оксида церия в РЭМ и структурными методами М.А. Запорожец, А.Ю. Соловьева, А.Я. Шаляпина, А.С. Авилов, В.И. Николайчик, Е.Ю. Буслаева, С.П. Губин	260
Исследование зависимости морфологических и структурных свойств пленок ZnO:Al от условий получения золь-гель осаждением Е.П. Зарецкая, В.Ф. Гременок, А.Н. Петлицкий, С.В. Шведов, В.В. Цыбульский, Д.Е. Ёщик, А.В. Семченко, А.М. Кечиянц	262
Изучение термической стабильности поверхности кристалла CdTe методами микроскопии и электронографии <i>in situ</i> М.П. Зыкова, В.И. Михайлов, А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, В.М. Каневский	264
Влияние химии поверхности частиц нанокремния на их люминесцентные свойства: спектральное исследование П.В. Иванников, А.В. Кузьменков, А.И. Габельченко, Л.А. Асланов, В.Н.Захаров, В.М. Сенявин	266

Цветная катодолюминесценция нанокремния, стабилизированного этильными радикалами.	
П.В. Иванников, А.В. Кузьменков, А.И. Габельченко, Л.А. Асланов, В.Н.Захаров	268
Структурные и электрофизические свойства тонких пленок $Pb_xSn_{1-x}Te$ полученных методом «горячей стенки»	
В.А. Иванов, В.Ф. Гременок, Р.Л. Юшкенас, А.П. Мекис, В.В. Румбаускас	270
Растровая электронная микроскопия фигур селективного травления монокристаллов оптического германия	
А.И. Иванова, Б.Б. Педько, Е.И. Каплунова, Р.М. Гречишкин	272
Электронно-микроскопическое исследование политермического разреза диаграммы состояния Co-Al-W	
Н.В. Казанцева, С.Л. Демаков, А.С. Юровских, Н.Н. Степанова, Н.И. Виноградова, Д.И. Давыдов	274
Влияние магнитоимпульсной обработки на локальные магнитные характеристики иттриевых ферритов-гранатов	
Т.П. Каминская, В.В. Коровушкин, В.В. Попов, М.А. Степович, М.Н. Шипко	276
Возможности методов дифракции обратно отраженных электронов для исследования микроструктуры ферритно-перлитных сталей	
М.М. Кантор, К.Г. Воркачев	278
Исследование процессов роста сверхпроводящей фазы в сверхпроводниках на основе Nb_3Sn	
И.А. Каратеев, Е.А. Дергунова, А.Е. Воробьева, И.М. Абдюханов, М.В. Алексеев, М.О. Курилкин, А.Л. Васильев	280
Исследование структуры нанопроволок Bi в растровом электронном микроскопе методом дифракции обратнорассеянных электронов.	
Ю.А. Касумов, F. Brisset, А.Ю. Касумов, В.Т. Волков	282
Структура и трещиностойкость волокнистых $(Al_2O_3 - CaO)/Mo$ композитов	
В.М. Кийко, Н.И. Новохатская	284
Микроструктура и деформационные характеристики волокнистых $(Al_2O_3 - CaO)/Mo$ композитов	
В.М. Кийко, Н.И. Новохатская	286
Структура макротрещины и трещиностойкость слоистого Ni-Al композита	
В.М. Кийко, В. П. Коржов	288
Исследование методом атомно-силовой микроскопии структуры аморфных и нанокристаллических сплавов на основе металлов группы железа при термическом воздействии.	
А.В. Кириллов, Е.Б. Модин, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, А.В. Дубинец, В.В. Ткачев, В.С. Плотников	290

Микроскопия двойных пленок ZnO/AlN на сапфире А.М. Клевачев, А.В.Буташин, А.Э. Муслимов, П.А. Просеков, А.Л. Васильев, Е.В. Ракова, В.М. Каневский	292
Влияние процесса скольжения дислокаций на формирование перекрестно-штриховой морфологии в АП-BV гетероструктурах В.А. Ковальский, П.С. Вергелес, В.Г. Еременко, Д.А. Фокин, М.В. Дорохин, Ю.А. Данилов, Б.Н. Звонков	294
Определение трех и четырехкомпонентных частиц в сплаве Al85Ni9Fe4La4 методами просвечивающей растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа Н.Н. Колобылина, С.Ю.Лопатин, А.Л. Васильев, Н.Д. Бахтеева, М.Ю. Пресняков, А.Г. Иванова, Е.В. Тодорова	296
Исследование процессов формирования наноразмерных структур углерода методом локального ионно-стимулированного осаждения А.С. Коломийцев, И.Н. Коц, С.А. Лисицын	298
СТМ зонд из монокристаллической нанопроволоки Bi_{1-x}Sb_x для туннельной микроскопии высокого разрешения О.В. Кононенко, С.И. Божко, А.А. Мазилкин, А.М. Ионов, С.В. Чекмазов, А.А. Капустин, В.С. Божко	300
Состав, структура и прочность Ni-Al композита при различных температурах В. П. Коржов, В.М. Кийко	302
Влияние исходного состава на формирование структуры слоистого композита на основе Ni-Al В. П. Коржов, В.М. Кийко	304
Формирование наноразмерных структур Ti для элементов нанoeлектроники методом фокусированных ионных пучков И.Н. Коц, А.С. Коломийцев, С.А.Лисицын	306
Исследование влияния концентрации наночастиц Sn на структурные и электрические свойства композитных пленок поли-п-ксилилена Е.П. Криничная, И.В. Клименко, С.А. Завьялов, Т.С. Журавлева	308
Морфологические особенности термически напыленных пленок олова и его оксида по данным растровой микроскопии О.Н. Куданович, С.В. Денисюк, Э.Э. Колесник	310
Изучение морфологии конденсированных продуктов, образующихся в результате взаимодействия излучения CO₂-лазера с кристаллическим оксидом алюминия в атмосфере нейтрального газа М.Н. Ларичев, А.М. Величко, Г.Е. Беляев, А.И. Никитин, А.С. Осокин, В.В. Артемов	312
Определение кинетических параметров вылетающих из лазерного кратера микрочастиц, по следам, оставляемым ими на поверхности образцов-свидетелей. М.Н. Ларичев, А.М. Величко, Г.Е.Беляев, А.И.Никитин, А.С.Осокин, В.В.Артемов	314

Анализ гетероструктур на основе оксидов цинка и меди методами РЭМ и АСМ

Н. А. Лашкова, А. А. Бобков, А. И. Максимов, В. А. Мошников,
Н. В. Пермяков, П. А. Сомов. 316

Микроструктурные исследования инструментальной стали HS6-5-2C после атмосферного плазменного азотирования косвенной дугой

Я.С. Лизункова, А.И. Смирнов, А.В. Фелофьянова, Т. Хассель 318

Трехмерная реконструкция поверхности по данным РЭМ

А.А. Михуткин, В.Б. Митюхляев, Т.Н. Баймухаметов, Д.А. Карабанов,
В.П. Гавриленко, А.Ю. Кузин, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов, А.Л. Васильев 320

Исследование структуры и магнитных характеристик нанопроволок систем NiFe/Cu, Co/Cu, FeNi

Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец,
А.В. Дубинец, М.Е. Стеблий, В.С. Плотноков 322

Анализ элементного состава и микроструктуры фтор-ионных проводников $\text{La}_{1-y}\text{Sr}_y\text{F}_{3-y}$

В.И. Николайчик, Б.П. Соболев, А.С. Авилов 324

Наноструктурная неоднородность сверхпроводников $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$

В.И. Николайчик, Л.А. Клинькова 326

Применение РЭМ для исследования адгезионных свойств спечённых слоёв серебросодержащих паст

К.Н. Нищев, М.И. Новопольцев, В.П. Мишкин, Д.С. Горбунов, А.В. Гришанин . . 328

Фрактограммы, полученные методом РЭМ, и прочность волокнистых $(\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaO})/\text{Mo}$ композитов

Н.И. Новохатская, В.М. Кийко 330

Морфология поверхности пленок CdTe

И.Р. Нуриев, А.М. Назаров, М.А. Мехрабова, Р.М. Садыгов 332

Изучение механических свойств поверхности кристаллов сапфира с использованием сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3Д»

А.М. Ополченцев, А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Н. Дерябин, В.М. Каневский . . 334

Структура биокompозитов на основе бактериальной целлюлозы *Acetobacter xylinum* и полиакриламида как перспективных заменителей хрящевых тканей

А.С. Орехов, Н.А. Архарова, В.В. Клечковская, А.Л.Буянов,
А.К.Хрипунов, Р.Л.Смыслов. 336

Исследование методами EBIC, LBIC и оптической микроскопии дефектов в плоскости скольжения дислокаций в кремнии

В.И. Орлов, Н.А. Ярыкин, Е.Б. Якимов 338

Исследование магнитной структуры аморфных микропроводов в стеклянной изоляции с помощью сканирующей электронной и зондовой микроскопии и магнитооптики

Н.Н. Орлова, А.С. Аронин, Ю.П. Кабанов, В.С. Горнаков, С.И. Божко 340

Изучение мультикристаллов солнечного кремния методом электронно-зондового микроанализа Л.А. Павлова, С.М. Пещерова, А.И. Непомнящих	342
Исследование физико-технологических процессов формирования чувствительных элементов датчиков линейного ускорения Н.М.Парфёнов, А.С.Тимошенков	344
Исследование влияния режимов формирования пленок оксида цинка на их структуру А.Н. Петлицкий, В.А. Пилипенко, С.В. Шведов, В.В. Цыбульский, В.П. Бондаренко, Е.Б. Чубенко, А.И. Шерстнев	346
Исследование пленок на основе детонационных наноалмазов методами электронной микроскопии Д.Е. Петренко, Р.А. Камышинский, А.Н.Коровин, Т.У.Григорьев, С.Н.Чвалун, А.В. Алленов, Г.А. Юрасик, С.П. Молчанов, П.В. Лебедев-Степанов, А.Т. Дидейкин, А.Я. Вуль, А.Л. Васильев	348
Исследование модификации поверхности меламинформальдегида методом РЭМ В.А.Полищук, В.Ю.Карасев, А.П.Горбенко, Е.С.Дзalieва, М.А. Ермоленко, М.М. Макар	350
Катодолюминесценция свободных экситонов в нитриде галлия. Результаты математического моделирования А.Н. Поляков, М.А. Степович, Д.В. Туртин	352
Мезоструктура поверхности аморфных металлических фольг на основе Fe Д.А. Полянский, В.В. Ткачев, Г.С.Крайнова, В.С. Плотников, А.В. Дубинец, Н.В. Ильин	354
Применение сканирующей электронной микроскопии для исследования структуры композиционных гранул с наноалмазными упрочняющими частицами В.А. Попов	356
Влияние режимов механического легирования на распределение наноалмазных упрочняющих частиц в композитах с матрицей из алюминия, цинка и олова В.А. Попов, А.С. Просвириков, Д.М. Матвеев, И.М. Карнаух, И.И. Ходос, Е.В. Вершинина	358
Исследование нанокомпозиционных покрытий методами сканирующей электронной микроскопии В.А.Попов	360
Окисление поверхности композиционных гранул с наноалмазными упрочняющими частицами В.А.Попов	362

Исследование формирования наночастиц в кремнии методом легирования ионами цинка большой дозой с помощью РЭМ, ПЭМ и АСМ В.В. Привезенцев, Н.Ю. Табачкова, К.Б. Эйдельман, С.В. Ксенич, А.А. Батраков . . .	364
Локальный атомный порядок аморфных сплавов CoP-CoNiP по данным дифракционного анализа Е.В. Пустовалов, Е.Б. Модин, А.В. Федорец, А.Н. Дубинец, С.С. Грабчиков, В.С. Плотников	366
Лазерное повреждение поверхности оптических монокристаллов германия В.Е. Роголин, И.А. Каплунов, Р.М.Гречишкин, А.И.Иванова	368
Применение методов ВРЭМ и РСМА для контроля структурообразования в композитах ПТФЭ при воздействии гамма-излучения выше температуры плавления кристаллитов Н.В. Садовская, С.Ю. Обвинцев, М.А. Арсентьев, С.А. Хатинов	370
Исследование микроскопических характеристик полиметилметакрилата с наночастицами серебра, сформированного методом ионной имплантации. И.Р. Сафина, И.Б. Аксенов, А.Р. Бадрутдинов, Е.В. Нуждин, В.И. Нуждин, В.Ф. Валеев, А.Л. Степанов	372
Характеризация моноклинной фазы в тонких пленках ЦТС в области морфотропной фазовой границы. С.В. Сенкевич, И.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, В.П. Пронин, А.Г. Канарейкин, В.М. Стожаров	374
Структуро- и фазообразование при формировании ионно-плазменных вакуумно-дуговых покрытий, адаптируемых к меняющимся условиям трения В.С. Сергеев, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, Ю.Г. Зудина	376
Особенности формирования межфазной границы при лазерной сварке разнородных материалов А.И. Смирнов, А.А. Никулина, А.А. Чевакинская, Т.А. Калашникова	378
Исследование переходных областей КНИ гетероструктуры монокремний-стекловидный диэлектрик-монокремний МЭМС тензорезистивного преобразователя давления методами растровой электронной и зондовой микроскопии Л.В. Соколов	380
Исследование морфологии тонких пленок TiO₂ методами атомно-силовой микроскопии А.Ю. Степанов, Л.В. Сотникова, А.А. Владимиров, Ф.В. Титов, Д.В. Дягилев, С.А. Созинов	382
Влияние отжига на структуру нанопористых оксидных пленок на порошковом сплаве титан-алюминий К.В. Степанова, Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, Х.Петтерссон	384

Выращивание и диагностика пленок высокотемпературных сверхпроводников	
Е.А. Степанцов, Р. Арпайя, Ф. Ломбарди	386
Комплексное микроскопическое исследование многокомпонентных подшинниковых алюминиевых сплавов	
О.О.Столярова, Т.И. Муравьёва, Б.Я. Сачек, А.М. Мезрин, Д.Л. Загорский	288
Растровая и атомно-силовая микроскопия наноструктурированных материалов и нанокомпозитов на основе природных полимеров	
Суханова Т.Е., М..Э. Вылегжанина, А.А. Кутин, В.А. Петрова, Ю.А. Скорик, А. Гонцу, Т. Лупашку	390
Исследование в РЭМ фторидных монокристаллов, обнаруживающих коротковолновую люминесценцию	
В.Б.Тверской	392
Стратификационные эффекты лент быстрозакаленных сплавов по толщине	
В.В.Ткачев, Г.С. Крайнова, А.М. Фролов, С.В. Должиков	394
Влияние подложки на морфологию формирования пленок AgI методом лазерной абляции	
В.В. Томаев, В.А. Полищук, С.В. Фокина, Ю.С. Тверьянович, Е.Н. Борисов	396
Влияние примесей на морфологию пленок SnO₂	
В.В. Томаев, А.И. Глазов	398
Механизм формирования аномально светлого контраста в наведенном токе от плоскостей скольжения за дислокациями в кремнии	
О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов, В.И. Орлов	400
РЭМ-идентификация аморфного состояния на лентах Fe-B	
А.М. Фролов, Г.С. Крайнова, С.В. Должиков	402
Влияние термической обработки на строение сварных швов разнородных сталей, полученных стыковой контактной сваркой	
А.А. Чевакинская, А.А. Никулина, Т.А. Калашникова, А.С. Денисова	404
Формирование доменной структуры облучением электронным лучом Z+ полярной поверхности MgO:LN	
Д.С. Чезганов, М.М. Смирнов, Д.О. Аликин, М.М. Нерадовский, Д.К. Кузнецов, В.Я. Шур	406
Исследование строения границ раздела в мдп-структрах на основе As₃B₅-полупроводников	
А.Г. Черков, С.Е. Хандархаева, А.К. Гутаковский, Н. А. Валишева, М.С. Аксенов, В.А. Голяшов, О.Е. Терещенко	408
Электронномикроскопические исследования мультислойных аморфно-нанокристаллических покрытий (nc)AlN-(am)Si₃N₄/(nc)TiN	
А.В. Черногор, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, С. Нематулаев	410

Исследования микроструктуры ультратонких слоев high-k диэлектриков на основе HfO₂ методами просвечивающей растровой электронной микроскопии	
Ю.М. Чесноков, А.Л. Васильев, А.В. Мяконьких, К.В. Руденко	412
Практика исследования титановых сплавов методом электронной микроскопии	
Е.А. Шушакова, Н.П. Волкова, А.Н. Панкратов, Д.А. Сухоросов, А.В. Волков	414
Исследование структуры и механических характеристик керамики на основе соосаженных пентаоксидов Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O₅ методами сканирующей электронной и зондовой микроскопии	
О.Б. Щербина, М.Н. Палатников, В.В. Ефремов, В.В. Семушин	416
Исследование процесса деградации и разрушения исторического стеклянного бисера методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа	
Т.В. Юрьева, И.Б. Афанасьев, В.А. Юрьев	418

V. Применение сканирующей электронной и зондовой микроскопии в химии и геологии

Изучение механизма импульсных энергетических воздействий на породообразующие минералы кимберлитов (РЭМ-РСМА, РФЭС и ИКФС)	
Н.Е. Анашкина, И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева	422
Использование SEM-EDX анализа для интерпретации эффективных коэффициентов поглощения природных минералов, полученных методом рентгеновской микротомографии	
И.А. Варфоломеев, О.А. Ковалёва, И.В. Якимчук, Д.А. Коробков	424
Применение электронной микроскопии и лазерной спектromетрии для изучения субмикронных частиц при разрушении горных пород	
С.Д. Викторov, А.Н. Кочанов, Е.В. Копорулина	426
Строение поверхности силоксан-уретан-этиленоксидных блок-сополимеров	
И.О. Волков, Л.В. Филимонова, Л.И. Макарова, О.В. Силицына, А.А. Бурмистров, А.А. Анисимов, О.А. Белякова, Г.Г. Никифорова, Е.М. Белавцева	428
АСМ природных стекол – о природе наблюдаемой шероховатости	
Е.А. Голубев	430
Влияние подложки на химические свойства наночастиц золота	
М.В. Гришин, А.А. Кирсанкин, А.К. Гатин, Б.Р. Шуб	432
Физико-химические свойства борорганических наночастиц, нанесенных на различные подложки	
М.В. Гришин, В.А. Харитонов, А.К. Гатин, В.Г. Слуцкий, Б.Р. Шуб	434

РЭМ и РСМА исследование модификации поверхности базальтового стекловолокна различного состава посредством кислотного гидролиза в широком интервале pH	
А.В. Кнотько, А.В. Ситанская, Д.Д. Паньшина, В.К. Иванов	436
Применение растровой электронной микроскопии для типизации пород коллекторов нефти и газа	
В.А. Кузьмин, Н.А. Скибицкая	438
Сопоставление показателей формы треков, созданных α-частицами в полимерном детекторе и измеренных с применением оптического и растрового электронного микроскопов	
М.В. Ломакин, В.А. Стебельков	440
Экспериментальная фоссилизация мягких тканей животных в глинистых минералах	
Е.Б. Наймарк, Л.В. Зайцева	442
Применение сканирующей электронной и зондовой микроскопии для изучения продуктов современной вулканической деятельности	
В.М.Округин, Н.А. Малик, С.В. Москалева, В.В. Козлов, Е.Ю. Плутахина, Т.М. Философова, В.М. Чубаров, М.В. Чубаров, Д.А. Яблокова, О.А. Зобенько, Ш.С. Кудалева	444
Возможности сканирующей электронной и зондовой микроскопии при изучении форм нахождения меди в продуктах извержения Толбачинской зоны ареального вулканизма (Камчатка)	
В.М. Округин, В.В. Козлов, Н.А. Малик, С.В. Москалева, Т.М. Философова, М.В. Чубаров, Ш.С. Кудалева	446
Новые данные о составе и структуре минералов современных и палеогидротермальных рудообразующих систем Камчатки (по данным SEM и EMPA)	
В.М. Округин, Д.А. Яблокова, Е.Д. Скильская, К.О. Шишканова, Т.М. Философова, С.В. Москалева, И.И. Чернев, М.В. Чубаров	448
Определение состава конденсированных фаз ЭФК методами РЭМ	
П.А. Осипов, А.Ж. Терликбаева, Р.А. Шаяхметова, Ж.Т. Ногаев	450
Муассанит в породах Бобруйской кольцевой структуры (Республика Беларусь)	
Л.А. Павлова, В.И. Левицкий, В.В. Солодилова, Н.С. Завадич	452
Исследование микрометеоритов из Байкала на микроанализаторе JXA8200	
Л.А. Павлова, Е.В. Антипин	454
Золото-никелевые нанокатализаторы для низкотемпературного окисления водорода	
С.Ю. Сарвадий, А.К. Гатин, М.В. Гришин, А.А. Кирсанкин, С.А. Николаев, Б.Р. Шуб	456

Исследование микроструктуры пленок «хитозан - лекарственные средства»

М.А. Севостьянов, А.Ю. Федотов, Е.О. Насакина, А.Ю. Тетерина,
А.С. Баикин, К.В. Сергиенко, А.В. Леонов, Ю.О. Леонова, А.Г. Колмаков 458

Изучение карбонатно-органических полимеров в породах коллекторах нефти и газа методами электронной микроскопии

Н.А. Скибицкая, В.А. Кузьмин 460

Микроструктура современных илов Белого моря

В.Н. Соколов, Д.Ю. Здобин, М.С. Чернов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина 462

Микроморфологические особенности органического вещества в глинистых грунтах

В.Н. Соколов, В.И. Осипов 464

Исследование поверхности магнетитов из осадков озер Северо-Востока России

Т. В. Субботникова, П. С. Минюк 466

Исследование поведения элементов в зонах деформаций палласитов Омолон и Сеймчан

Т. В. Субботникова, О. Т. Соцкая, А. А. Пляшкевич 468

Эволюция морфологии и состава поверхностных оксидных фаз в гетеросегрегационных процессах: ВРЭМ, РСМА, ИКС, ОЦМ, АСМ

Ю.Я. Томашпольский, В.М. Матюк, Н.В. Садовская,
С.Г. Лакеев, П.С. Воронцов 470

Зависимость структуры силоксануретановых эластомеров от способа синтеза

Л.В. Филимонова, Л.И. Макарова, И.О. Волков, О.В. Сеницына,
А.А. Бурмистров, А.Г. Филатова, М.И. Бузин, В.Г. Васильев, Б.Г. Завин,
И.В. Яминский, Г.Г. Никифорова, Е.М. Белавцева 472

Наноструктурные исследования природных минеральных систем

М.С. Чернов, В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Д.И.Юрковец 474

Комбинирование методов рентгеновской микротомографии и электронной микроскопии для создания трехмерных карт микропористости образцов горных пород

Б.Д. Шарчилов, И.А. Варфоломеев, И.В. Якимчук 476

VI. Применение сканирующей электронной, зондовой и конфокальной микроскопии в биологии, медицине и экологии

Морфология и агрегация самоорганизующихся пептидов RADA-16

Д.В. Багров, Ю.С. Газизова, В.В. Подгорский, И.П. Удовиченко, Д.В. Клинов 480

Сканирующая электронная микроскопия лучевых артерий, используемых в коронарном шунтировании

И.М. Байбеков, У.Б. Ахмедов, И.А. Абдухалимов 482

Ультроструктурные изменения элементов периферической крови больных бронхиальной астмой и в эксперименте Т.Г. Бархина, М.Ю. Гушин, О.В. Миславский, В.А. Ксенофонтова, С.А. Польшнер	484
Сканирующая электронная микроскопия наиболее универсальных органов-мишеней при светодиодных и лазерных воздействиях А.Х. Бутаев, Д.Т. Пулатов, М.И. Байбек-Палмос, И.М. Байбеков	486
Экологическая оценка состояния территории по результатам сканирующей электронной микроскопии В.В. Габечая, В.А. Раскатов, Т.Х. Кумахова	488
Иммуноцитохимическое исследование распределения транспортеров глюкозы в культуре клеток Caco2 Н.М. Грефнер, Л.В. Громова, Я.Ю. Комиссарчик	490
Мультимасштабная мультимодальная микроскопия и анализ полного распределения по размерам наноземульсий, полученных из двухфазного потока Т.Г. Дмитриева, В.А. Черезова, П.Р. Казанский, В.Я. Шкловер, Е.А. Федотова	492
Ультроструктурная характеристика локализации катионов натрия при дегидратации цитологических мазков орального секрета и индуцированной мокроты С.В. Зиновьев, С.С. Целуйко, М.М. Горбунов, А.В. Прокопенко, Д.П. Решодько	494
Исследование деформаций адгезионных микрощетинков геккона токи (<i>Gekko gekko</i> L.) А.И. Ильин, Ю.Ф. Ивлев, О.В. Трофимов	496
Сканирующая электронная микроскопия шовного материала при изучении осложнений в сердечнососудистой и абдоминальной хирургии. П.Е. Каракозов, Б.К. Ибадов, Д.Н. Мадаминов	498
Сканирующая электронная микроскопия в оценке осложнений, связанных с применением биологических материалов в сердечнососудистой хирургии П. Е. Каракозов, Б.К. Ибадов	500
Особенности адсорбции катионной РНКазы <i>Bacillus pumilus</i> на заряженной и гидрофобной поверхностях О.А. Коновалова, Н.В. Калачева, Г.Р.Игтисамова	502
Сканирующая электронная микроскопия токсичных динофлагеллят А.Ф. Крахмальний, Ю.Б. Брянцева	504
Микрорельеф поверхности листьев некоторых горных представителей <i>Maloideae</i> Т.Х. Кумахова, А.В. Бабоша, А.С. Рябченко, Д.М. Анатов, М.К.Дакиева	506

Сканирующая электронная микроскопия как метод изучения особенностей агробактериальной трансформации мицелия вешенки обыкновенной	
А.В. Лавлинский, Ю.В.Смирнова, В.Н. Попов	508
Анализ морфологии молекулярных конструкций на основе комплексов двунитевой ДНК и гадолиния с помощью атомно-силовой, конфокальной и электронной микроскопии	
О.Г. Леонова, В.И. Саянов, Ю.М. Евдокимов, В.И. Попенко	510
Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия в изучении феномена формирования ДНК-содержащих микрочастиц в ходе ПЦР	
А.В. Мачулин, В.В. Сорокин, А.С. Шебанова, В.Н. Данилевич	512
Морфолого - анатомические исследования зоны срастания прививочных компонентов абрикоса методом РЭМ	
С.М. Мотылева, Г.Ю. Упадышева, М.Е. Мертвищева	514
Изучение морфологии некоторых видов ветвистоусых ракообразных озера Тана (Эфиопия, Восточная Африка) при помощи сканирующего электронного микроскопа	
А.Н. Неретина	516
Применение сканирующей электронной микроскопии в гидробиологии: проблемы и перспективы	
А.Н. Неретина	518
Ultrapathology different forms relationships parasit-host	
К.О. Hovnanyan	520
Роль αС областей фибриногена в образовании фибриновых волокон по данным атомно-силовой микроскопии высокого разрешения	
А.Д. Протопопова, Н.А. Баринов, Е.Г. Завьялова, А.М. Копылов, Д.В. Клинов	522
Анализ морфологии наночастиц из тритерпеноидов бересты с помощью атомно-силовой и электронной микроскопии	
Н.В. Рукосуева, К.А. Овчинникова, А.П. Каплун, О.Г. Леонова, В.И. Попенко	524
Секреторные процессы в эмбрионном каллусе гречихи татарской	
Н.И. Румянцева , В. Г. Евтюгин , В.В. Сальников , Ю.Н. Осин	526
Ультраструктурные особенности различных типов карциноидов легкого человека	
Е.А. Смирнова, Н.Т. Райхлин, И.А. Букаева	528
Ультраструктура сперматозоидов, как отражение и результат эволюции пресноводных моллюсков	
Е.В. Солдатенко, А.Б. Шатров	530

Сканирующая электронная микроскопия слизистой оболочки при полипах на фоне риносинуситов	
Д.Д. Султанова, И.М. Байбеков	532
Генно-клеточная терапия для стимулирования нейрорегенерации при травме спинного мозга (конфокальная микроскопия)	
Г.Ф. Шаймарданова, А.Р. Мухитов	534
Сравнительная РЭМ морфология личинок клещей-паразитенгон – паразитов позвоночных и беспозвоночных животных	
А.Б. Шатров	536
Особенности взаимодействия патогенных стафилококков разных видов с клетками культуры НТ-29 по данным сканирующей электронной микроскопии	
Н.В. Шевлягина, Л.В. Диденко, М.А. Корниенко, В.Н. Копыльцов, Л.А. Любасовская, Т.В. Припутневич, Е.Н. Ильина	538
Авторский указатель	540

Революционный электронный микроскоп GeminiSEM 500

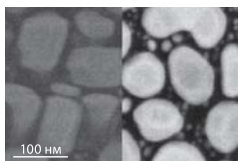
Основные характеристики:

- » 0.9 нм @ 1 кВ
- » 1.2 нм @ 500 В
- » 1.8 нм @ 3 кВ, 30 Па
- » Режим низкого вакуума
- » Детекторы: InLensSE, InLensEsB, AsB, SE, BSD, STEM, EDS, EBSD, WDS, CL

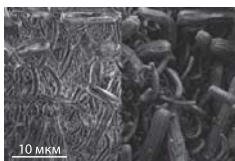
- + Катодный узел оптимизирован под высокое разрешение и низкие ускоряющие напряжения.
- + Многократно повышена чувствительность детекторов.
- + Система VeamBooster для уменьшения влияния ЭМ полей и вибраций.
- + Комбинация электростатической и магнитной линз и специальная электронная оптика позволяет работать как на высоких, так и на ультранизких ускоряющих напряжениях с высочайшим разрешением.



Откройте новые возможности на сверхмалых ускоряющих напряжениях!



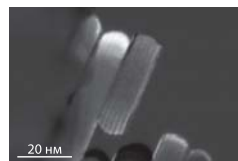
Золото на углеporде, 2 кВ
Новый BSD детектор справа
Детектор BSD в 6 раз
чувствительнее при низких кВ



Органика, VP режим 150 Па, 3 кВ
Новый InLensSE детектор
справа



500 В, 7 пА
Новый InLensSE детектор справа
Детектор InLens в 20х
чувствительнее при низких кВ



BaFe12O19,
шаг кристаллической решетки
1,1 нм (002)
Изображение в просвечивающем
режиме (STEM), 22 кВ



Компания "Системы для Микроскопии и Анализа" (СМА) – одна из ведущих научно-технических компаний в России, проводник последних достижений в области систем для электронной, оптической микроскопии, рентгеновского микроанализа в широком диапазоне применения: *микроэлектроника, наука о живом, природные ресурсы, материаловедение*. Мы пионеры в области мультимасштабной объемной микроскопии в России. Являясь официальным поставщиком оборудования известных мировых производителей (FEI, Physical Electronics (PHI), EDAX Inc., Fischione, Kleindiek и др.), наша компания оказывает полный спектр сервисно-технических и инженеринговых услуг, а также ведет **научно-исследовательскую деятельность на базе собственной высокотехнологичной лаборатории.**

Наша лаборатория открыта для Вас и готова решить Ваши задачи!

Основные направления деятельности лаборатории применения СМА:

- ❖ Научно-исследовательские и опытно-конструкторские работы
- ❖ Научно-методическое сопровождение технологического процесса
- ❖ Входной и выходной контроль качества продукции и материалов
- ❖ Анализ отказов (причины брака)
- ❖ Обучение специалистов заказчика

Наши преимущества:

- ❖ Опыт (с 1999 года)
- ❖ Более 500 клиентов
- ❖ Современный парк приборов
- ❖ Квалифицированный персонал
- ❖ Центр обучения
- ❖ Минимальные сроки
- ❖ Удалённый доступ
- ❖ Конкурентоспособная цена
- ❖ Собственная сервисная служба



Комплексный подход к решению задач:

- ❖ От идеи к методике
- ❖ От образца к результату
- ❖ От технического задания к отчёту
- ❖ От создания прототипа к производству
- ❖ От аренды оборудования к собственной лаборатории "под ключ"



Лаборатория применения СМА - уникальный проект для российского рынка научных сервисов. Мы создали современную высокотехнологичную инфраструктуру для оказания широкого спектра услуг , высокое качество которых подтверждено ведущими инновационными компаниями и организациями (Технопарк Сколково, РОСНАНО).





Наши возможности для решения Ваших задач:

❖ Рентгеновская микротомография:

- Исследование внутренней структуры образца без его разрушения
- Построение 3D моделей и виртуальных сечений объектов с микрометровым разрешением
- Визуализация и количественный анализ скрытых дефектов, пор, включений

❖ Растровая электронная микроскопия высокого разрешения:

- Исследования любых типов образцов, в том числе биоматериалов в нативном состоянии
- Топографический и элементный анализ поверхности образца

❖ Растровая ионная микроскопия (фокусированный ионный пучок)

- Исследование морфологии поверхности, приповерхностных слоев в поперечном сечении
- Построение 3D моделей и виртуальных сечений объектов с нанометровым разрешением
- Визуализация и количественный анализ скрытых дефектов, пор, включений
- Профилирование рельефа сложной поверхности
- Изготовление и исправление прототипов в области нанотехнологий и микроэлектроники
- Изготовление образцов для просвечивающей электронной микроскопии

❖ Корреляционная конфокальная микроскопия

- Корреляционные микроскопические исследования в области Life Science: совмещение изображений световой, электронной микроскопии и аналитических методов

❖ Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия

- Определение элементного и химического состава поверхности (до 10 нм) образца, профилирование элементного и химического состава по глубине.

❖ Сканирующая микрорентгенофлуоресцентная спектроскопия

- Экспресс метод определения элементного состава для любых типов образцов

❖ Сканирующая аналитическая высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия

- Структурные исследования на атомарном уровне (разрешение до 0,13 нм)
- Исследование живых тканей и биологических систем на уровне макромолекул
- Исследование дефектов структуры кристаллических материалов
- Электронография и кристаллографический анализ
- Анализ элементного и фазового состава нанометровых объектов

❖ Световая микроскопия

- Исследование образцов в видимом свете

❖ Анализ концентрации, формы и размера частиц

- Анализ порошков, гелей, эмульсий, аэрозолей с размером частиц в диапазоне от 0.1 до 3600 мкм
- Экспресс анализ распределения частиц по размерам, распознавание формы и определение концентрации в одном процессе

❖ Обработка баз данных изображений с помощью специализированного ПО:

- Обработка цифровых изображений и морфологический анализ микрообъектов (<40 признаков)
- Метрологически достоверные результаты измерений
- Объемная визуализация, обработка и анализ данных микроструктурных исследований
- Моделирование динамических процессов в трехмерной среде, реконструированной на основе данных объемной микроскопии
- Сегментирование и волюметрический анализ структурных составляющих



www.microscop.ru microscop@microscop.ru

+7 (495) 9 33 43 17, +7 (495) 540 46 17

ЦКП «Микроанализ», Технопарк Сколково, 143025, Россия, МО, Одинцовский р-н, д. Сколково, ул. Новая, д. 100, корпус «Урал»

5-in-1 fantasy: Giralope.



**5-on-1 reality: Bruker's range
of analytical tools for SEM.**



- **EDS, WDS, EBSD, Micro-XRF and Micro-CT - пять аналитических методов для SEM от одного производителя.**
 - QUANTAX EDS: обеспечивает высокое энергетическое разрешение и скорость счета
 - QUANTAX WDS: дает максимальную чувствительность в области низких энергий
 - QUANTAX EBSD: устанавливает новые комбинированные стандарты EBSD/EDS
 - XTrace: добавляет возможность Micro-XRF анализа для SEM
 - Micro-CT для SEM: дает возможность исследования микроструктуры образца

Innovation with Integrity

www.bruker.ru

ООО Брукер
Москва, 119017,
Пятницкая ул. 50/2 стр. 1
Тел.: +7 (495) 517-92-84
+7 (495) 517-92-85
E-mail: gbk@bruker.ru

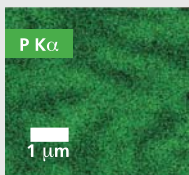
Nano-Analysis

NEW

Nanoanalysis Tools for the SEM

Characterising nanometre features

10 mm² 6.4 nA



150 mm² 0.4 nA



X-ray mapping of fragile nanostructures at 5 kV

For the same count rate, 150 mm² detector:

- requires much lower beam current
- spatial resolution clearly shows nanoscale variations
- specimen damage is minimised

X-ray Mapping of 20 nm nanostructures in a memory alloy



Unsurpassed sensitivity – 20 nm structures!



X-ray maps collected at 0.2 nA, 3 kV using 150 mm² X-Max^N

- variations in Fe Lα, Ni Lα and Cu Lα clearly demonstrate chemical differences on a scale down to at least 20 nm

www.oxford-instruments.com/nanoanalysis

OXFORD
INSTRUMENTS

The Business of Science®

Сканирующие электронные микроскопы

- Inspect
- Quanta
- Teneo
- NovaNano SEM
- Verios



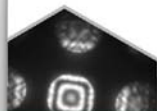
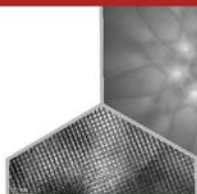
Двулучевые системы и системы фокусированного ионного пучка



- Versa ESEM ●
- Scios ●
- Helios ●
- V400ACE ●
- Vion ●

Просвечивающие электронные микроскопы

- Tecnai
- Talos
- Titan Themis



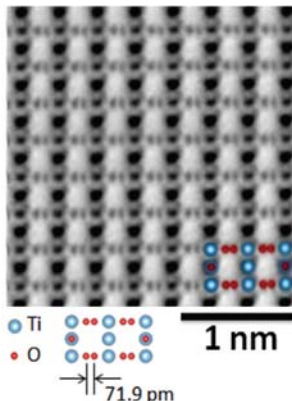
ОСНОВНЫЕ ПРЕИМУЩЕСТВА СИСТЕМ FEI

- Сверхвысокое разрешение на всех инструментах ●
- Уникальные запатентованные технологии ●
- Полностью автоматизированное управление ●
- Полный и современный набор программ и утилит ●
- для последующей работы с изображениями ●

300-КИЛОВОЛЬТНЫЙ ПРОСВЕЧИВАЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП УЛЬТРАВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ JEOL JEM-ARM300F

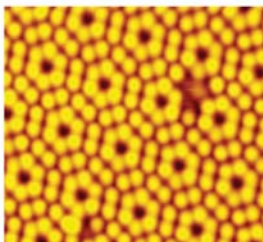
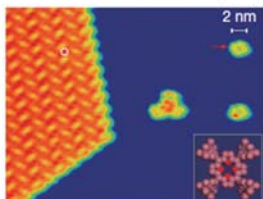


- Ускоряющее напряжение до 300 кВ
- Разрешение в ПЭМ-режиме: 0,05 нм
- Разрешение в ПРЭМ-режиме: 0,063 нм
- Полностью автоматическая юстировка двух додекапольных корректоров сферических aberrаций
- Монохроматичный пучок электронов, формируемый источником с «холодной» полевой эмиссией, идеально подходит для спектроскопии характеристических потерь энергии электронов
- Возможность установки СКПЗЗ, ЗДС, до 4 детекторов ПРЭМ-режима



UNISOKU
SCIENTIFIC INSTRUMENTS

TII Group



СКАНИРУЮЩИЕ ЗОНДОВЫЕ МИКРОСКОПЫ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ В УСЛОВИЯХ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА И СВЕРХНИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

- Проведение исследований в сверхвысоком вакууме до 10^{-8} Па
- Изучение свойств образцов при температурах от 0,04 К
- Возможность нанесения металлических и органических покрытий на поверхность образца
- Возможность измерения электрических характеристик микро- и наноразмерных объектов 4-контактным методом
- Изучение атомной структуры и свойств образцов в полях напряженностью до 15 Тл
- Возможность исследования отдельной молекулы методами спектроскопии комбинационного рассеяния (TERS)





Электронно-лучевое оборудование собственного производства

Под конкретного заказчика может быть изготовлен широкий спектр электронно-лучевого и вспомогательного оборудования

Просвечивающий электронный микроскоп

Это новый 100 кВ электронный микроскоп. Имеет компьютерную систему управления, обеспечивающую гибкое управление всеми системами микроскопа. Высокие параметры, совмещенные с широким диапазоном функциональных возможностей и низкой ценой, обеспечивают успешное использование в различных отраслях науки от биотехнологий до материаловедения.



Технологический кластер для микроэлектроники

Предлагается современное решение «под ключ» для микроэлектроники, удовлетворяющее требованиям ITRS до 2020 года. Технологический кластер образует основу инновационных производств и новых пилотных линий.

При соответствующем оснащении необходимым стандартным технологическим оборудованием для обработки пластин.

Ядром кластера является пять электроннолучевых систем:

1. 3D нанолитограф.
2. Высокопроизводительная система поиска дефектов.
3. Высокопроизводительная система для CD, 2D, 2.5D и 3D измерений.
4. Сверхнизковольтный РЭМ (ULV SEM) с энергией падающих электронов до 1 ЭВ.
5. Эталонный РЭМ.



Прототип установлен
для поиска дефектов

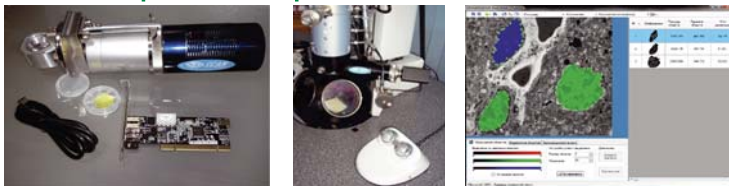
Электронно-лучевой сварочный комплекс

Электронно-лучевой сварочный комплекс предназначен для однопроводной сварки в вакууме по траекториям различной конфигурации металлов толщиной до 80 мм, а также проведение локальной термообработки и наплавления.



Анализаторы изображений и вспомогательное оборудование

Цифровая система получения и анализа изображений для просвечивающих электронных микроскопов



Цифровая независимая система вывода и записи изображений для РЭМ – «вторая жизнь» Вашего микроскопа

Система подключается и эксплуатируется с растровыми электронными микроскопами и электронно-лучевыми микрозондами самых различных фирм-изготовителей. Внутренний растровый генератор отключается, и управление лучом передается аппаратно-программному комплексу. Встроенное меню РС включает микроскоп на внешнее управление лучом и регистрирует и анализирует изображение.

ImageLab для световых микроскопов

Анализаторы изображений

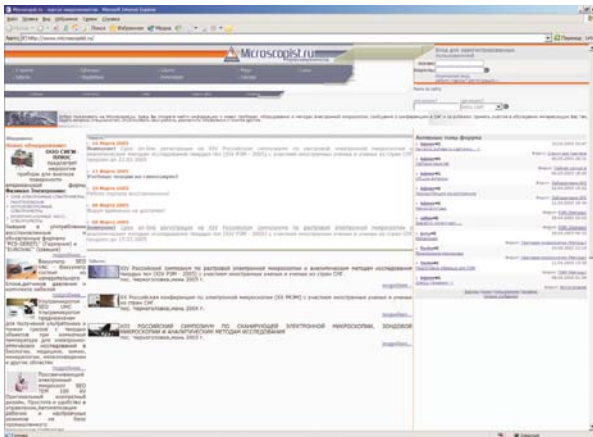
- для медико-биологических исследований на просвет и отражение
- для микро- и биохимических исследований
- для материаловедов и металлографических исследований
- для люминесцентных и «Patch Clamp» исследований
- для систем сканирования и гранулометрии





ПОРТАЛ МИКРОСКОПИСТОВ

Портал микроскопистов создан в январе 2002 г. по инициативе Института проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской Академии наук (ИПТМ РАН, г. Черноголовка, РФ) и общественной организации Open Information Society (OIS, г. Кишинев, Республика Молдова) при поддержке Научного Совета Российской Академии наук



На портале действуют форумы по темам, представляющим интерес для сообщества микроскопистов.

Разработана и опробована (XIII и XIV Российские симпозиумы по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел) система on-line регистрации участников и размещения тезисов докладов.

По запросам фирм на портале размещается информация о предлагаемом оборудовании и услугах.

По всем вопросам деятельности портала просьба обращаться к представителям администрации портала:

Казмирук Вячеслав Васильевич
(ИПТМ РАН, г.Черноголовка)
Адрес: 142432, Московская обл.,
г. Черноголовка, ИПТМ РАН
Тел/факс: +7(496 52)4 40 84
GSM +7(903)259 04 14
E-mail kazmiruk@iptm.ru

Салтановский Юрий Георгиевич
(Open Information Society,
г. Кишинев, Молдавия)
Адрес: MD2028, г. Кишинев,
Республика Молдова,
ул. Академическая 3/3 оф.402
Тел/факс: +373(2)73 74 59
GSM +373(7)943 89 49
E-mail: saltanovsky@microscopist.ru

**3-я Школа молодых ученых
«Современные методы
электронной и зондовой микроскопии
в исследованиях
наноструктур и наноматериалов»**

Метод фокусированного ионного пучка и его применение

Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, А.В Румянцев

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград, проезд 4806, д.5, Россия

Метод фокусированного ионного пучка (ФИП), который впервые начал активно использоваться в конце 80-х годов прошлого столетия в полупроводниковой промышленности для восстановления фотошаблонов, анализа и модификации интегральных микросхем, получил в последние годы широкое распространение во многих областях науки и техники [1]. В докладе рассматриваются основные особенности метода, его приборные реализации, процессы взаимодействия ионного пучка с веществом, приводятся примеры применения метода ФИП для формирования наноструктур, приготовления поперечных сечений и образцов для просвечивающей электронной микроскопии.

Метод реализуется в приборах двух типов – системах с фокусированным ионным пучком и электронно-ионных микроскопах. Ионные колонны этих приборов позволяют формировать тонкий зонд, как правило, ионов галлия с поперечными размерами вплоть до единиц нанометра и сканировать им по поверхности образца. Энергия ионов может изменяться от нескольких сотен вольт до десятков киловольт. Высокая функциональность и значимость метода ФИП основана на локальном воздействии на поверхность образца ионного пучка, позволяющего проводить прецизионное распыление материала. Дальнейшее расширение возможностей метода связано с контролируемым осаждением металлических или диэлектрических слоев на поверхность образца.

Существенным преимуществом метода ФИП является реализуемая в нем непосредственная визуализация как самого процесса воздействия ионного пучка на образец, так и его результатов. Она достигается благодаря улавливанию детекторами вторичных электронов или ионов, возникающих при сканировании падающего пучка по поверхности. Использование электронного пучка в случае электронно-ионного микроскопа позволяет реализовать все преимущества, свойственные методу растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Формирование микро- и наноструктур является одной из важнейших областей применения метода ФИП в современных нанотехнологиях. При этом он позволяет создавать как отдельные элементы таких структур, так и на основе многоступенчатых процессов полностью готовые устройства, например, для нанофотоники. Для эффективного решения подобных задач

необходимо развитие подходов для трехмерного моделирования процессов распыления материалом ионным пучком. На рис. 1 показаны результаты моделирования прямоугольных углублений, полученные с применением метода функций уровня и уточненной модели взаимодействия ионного пучка с материалом образца. Их сравнение с экспериментальными данными, свидетельствует о том, что развитый подход позволяет количественно предсказывать форму создаваемых ионным пучком углублений.

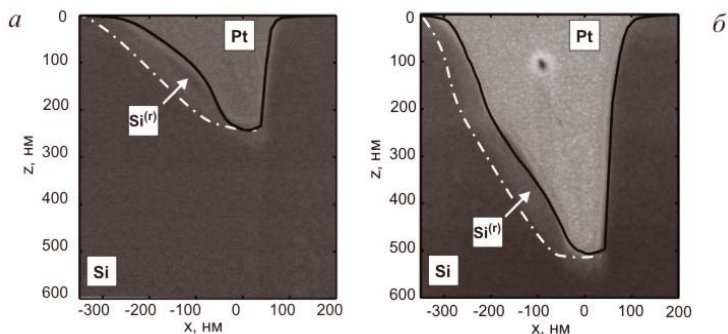


Рис. 1 Изображения поперечных сечений углублений с наложенными на них расчетными профилями (сплошные кривые), полученными при сканировании ионного пучка с числом проходов $N=1$ (с) и $N=3$ (d) по кремниевой подложке. Белые штрих-пунктирные линии отделяет слой вторично осажденного материала $\text{Si}^{(r)}$ от материала подложки.

Метод фокусированного ионного пучка открывает уникальные возможности для приготовления и последующего анализа поперечных сечений многослойных материалов и структур, получения их трехмерных изображений с применением ФИП-томографии. Возможность распыления практически любых материалов, высокая локальность и воспроизводимость метода делают его незаменимым для детального изучения многослойной структуры интегральных микросхем.

Одним из наиболее распространенных применений метода ФИП является приготовление образцов для исследований в просвечивающем электронном микроскопе. Он позволяет препарировать тонкие фольги от локально выбранных областей материалов и структур, которые во многих случаях нельзя получить другими методами, и является практически незаменимым для анализа интегральных микросхем, поверхностных наноструктур и т.д. Возможности метода существенным образом расширяются благодаря высокопрецизионным микроманипуляторам, расположенным непосредственно рабочей камере прибора.

1. Focused ion beam systems. Basics and Applications. ed. Nan Yao. Cambridge: University Press, 2007, 395 p.

Возможности конфокальной микроскопии для исследования объемных характеристик полупроводниковых материалов

В.П. Калинушкин, О.В. Уваров

Институт общей физики РАН

Многофотонная конфокальная микроскопия широко используется для исследования различных биологических объектов. Однако возможности ее применения для изучения полупроводниковых материалов известны намного меньше. На примере кристаллов Zn-Se будут рассмотрены перспективы использования двух фотонной конфокальной микроскопии для исследования межзонной и примесной люминесценции, времени жизни носителей тока, генерационные и рекомбинационные характеристики и однородность распределения этих параметров непосредственно в объеме полупроводников. Достоинства двухфотонной конфокальной микроскопии в следующем:

- возможность генерировать с помощью двухфотонного поглощения мощного лазерного излучения в микрообъеме образца носители тока и осуществлять контролируемое перемещение области возбуждения в нем с малым шагом по все трем координатам;
- регистрация спектров люминесценции малых объемов с возможностью сканирования области наблюдения по плоскости и глубине образца с одновременным совмещением с областью возбуждения носителей;
- возможность измерять времена спада наблюдаемой люминесценции с помощью специальной приставки
- развитое математическое обеспечение экспериментов

В представленной работе использовались конфокальные микроскопы фирмы Carl Zeiss LSM 710 NLO и Carl Zeiss LSM 510 NLO. Двухфотонное возбуждение осуществлялось лазером с перестройкой длины волны в диапазоне 0.75-1мкм. Спектры люминесценции регистрировались в диапазоне 400-700нм с разрешением по длине волны 3 и 10нм. Регистрация времени жизни осуществлялась с помощью приставки FLIM (fluorescence lifetime image microscopy - флуоресцентная микроскопия в реальном времени). Эти параметры хорошо подходят для исследования кристаллов Zn-Se ширина запрещенной зоны которого составляет примерно 2.7 эв. В результате имеется возможность осуществлять на указанных выше приборах двухфотонное возбуждение и регистрацию межзонной и по крайней мере части примесной люминесценции (в диапазоне 0.48-0.7мкм). Это позволяет регистрировать трехмерные картины распределения межзонной и примесной

люминесценции исходных и легированных железом кристаллов Zn-Se на глубину до 1мм с шагом по глубине до 0.5-1 мкм и пространственным распределением по плоскости примерно 0.2-1 мкм. На базе этих результатов описываются возможности двухфотонной конфокальной микроскопии для исследования распределения различных точечных дефектов в объеме кристаллов, их взаимодействия со структурными дефектами, анализ спектров люминесценции, определение объёмных времен жизни носителей тока и т.д. В качестве примеров представлены исследования взаимодействия точечных дефектов с границами зерен в поликристаллическом Zn-Se, легированном Fe рис.1 (а,б), рассматриваются особенности исследуемого материала и используемых приборов, анализируются возможности использования двухфотонной конфокальной микроскопии для исследования других полупроводниковых материалов: прямозонных с высокой эффективностью люминесценции и структур на базе Si и Ge.

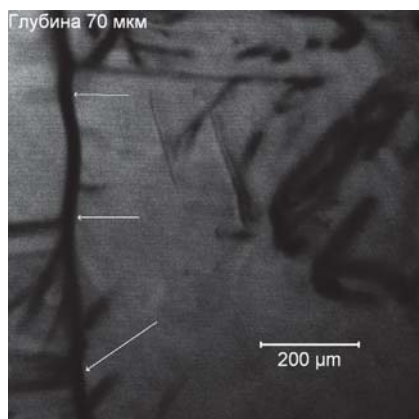


Рис.1 (а). Изображение поликристаллического Zn-Se с «темными» границами зерен на глубине 70мкм. Примесная атмосфера вокруг границы содержит больше центров безызлучательной рекомбинации чем объем.

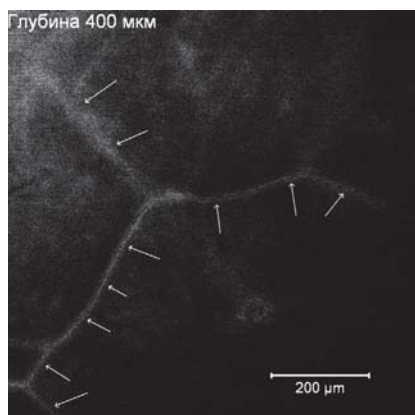


Рис. 1 (б). Изображение со «светлыми» границами зерен. Область кристалла глубже приведенной на 1 (а) на 400 мкм. Примесная атмосфера содержит меньше центров безызлучательной рекомбинации чем объем.

Исследование пространственной микроструктуры пористых материалов методом трехмерной реконструкции по данным ФИП/РЭМ

А.А. Михуткин¹, Е.Б. Пичкур¹, И.А. Каратеев¹, Н.С. Балушкина²,
Г.А. Калмыков², М.Ю. Спасенных³, Н.Н. Богданович³, А.М. Плешаков³,
А.Л. Васильев^{1,4}

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
123182 Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1

² Геологический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991 Россия, Москва, ГСП-1,
Ленинские горы, МГУ, д. 1, Главное здание, Сектор "А", 3—8 этажи

³ Сколковский институт науки и технологий, 143025 Россия, Московская обл., Один-
цовский р-н, Новоивановское городское поселение, дер. Сколково, ул. Новая, д. 100

⁴ Институт кристаллографии РАН,
119333 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 59

Изучение и микроструктурный анализ материалов, содержащих пустотное пространство (поры), в особенности получение информации о структуре пустотного пространства, является сегодня крайне актуальным. Особенно востребованы на сегодняшний день исследования пустотного пространства газо- и нефтеносных сланцев, в частности участков, содержащих кероген: его характеристика с оценкой параметров пустотного пространства: объемы пор, их связность. Часто применяемыми методами анализа микроструктуры и состава природных материалов с развитой пористой структурой являются электронная микроскопия, в частности, растровая электронная микроскопия (РЭМ), и рентгенофазовый анализ. Методы рентгеновской томографии имеют ограничения в применении к исследованиям таких материалов, в числе которых недостаточное пространственное разрешение (более 0,05 мкм) и трудно интерпретируемые и неоднозначные результаты при исследовании материалов с низкой электронной плотностью, в частности керогена, пустотное пространство которого может быть заполнено жидкими углеводородами. РЭМ, в свою очередь, дает возможность определить микроструктуру (с помощью дифракции на отражение) и минеральный состав такого рода образца и оценить его пустотное пространство с разрешением не хуже 0,01 мкм. Использование комбинированного метода растровой ионной микроскопии - фокусированного ионного пучка (ФИП) в сочетании с РЭМ позволяет трехмерно реконструировать микроструктуру образца, в особенности его пустотное пространство. Это достигается путем фиксации изображений последовательных срезов объекта. После обработки полученных изображений реконструируется трехмерная модель. Важным этапом получения трехмерной модели поверхности является сегментирова-

ние необходимых объектов из общего массива данных (процесс бинаризации изображений). В случае пустотного пространства (пор) сегментирование часто является нетривиальным процессом для данных с РЭМ и представляет существенную сложность. Процесс сегментирования возможно упростить путем более тщательной обработки серии изображений и применения комплексных методов сегментирования (бинаризации). Полученные поверхности пустотного пространства позволяют проанализировать распределение пор по размерам, объемам и другим параметрам. Возможно оценить связность пор путем скелетирования внутреннего пустотного пространства.

Для примера приведены исследования сланцев из кернов Баженовской свиты. Компонентами сланцев являются глинистые минералы, кварц и органические соединения, причем часть компонентов, а именно глинистые минералы и органические соединения содержат поры различного типа, размеры которых варьируются в широких пределах (нано- и микрометровые диапазоны), и их распределение неоднородно. Трехмерная реконструкция поверхности пор в области керогена представлено на Рис. 1(а). Изображение скелета пустотного пространства представлено на Рис. 1(б): отдельными цветами показаны поры, сообщающиеся между собой. Применение методов восстановления трехмерной модели поверхности позволило оценить объем пустотного пространства в образце и соотношение объемов сквозных пор ко всему объему пор.

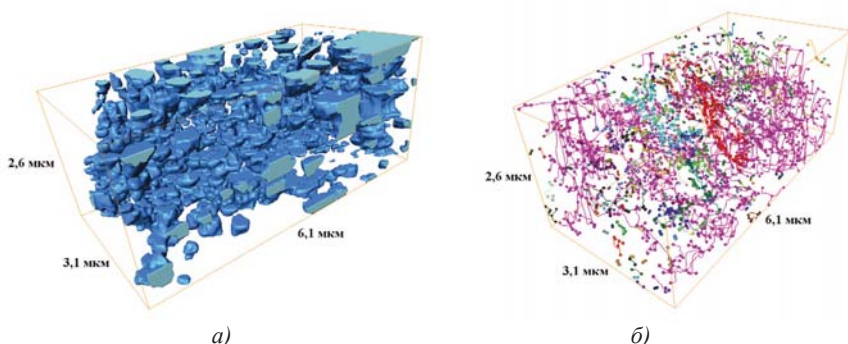


Рис. 1. Результаты трехмерной реконструкции порового пространства керогена образца Баженовской свиты: а) реконструкция поверхности пор; б) скелетирование пустотного пространства: отдельными цветами выделены системы связанных между собой пор.

Рентгеновская диагностика многослойных наноразмерных гетероструктур

Э.М. Пашаев

НИИЦ «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, пл. Курчатова, д.1
elkhanpashaev@gmail.com

В последние годы в связи с развитием конвергентных технологий значительно возросла роль методов исследования структуры наноматериалов. Под термином «наноматериал» в самом общем смысле можно понимать объект, для которого эффективный размер или другой структурный параметр, определяющий практически значимые свойства, лежит в нанометровом диапазоне (1-100 нм) хотя бы в одном пространственном направлении и наличие этой размерности обеспечивает существенное улучшение или появление качественно новых свойств. Создание таких приборов, как полупроводниковые лазеры, одноэлектронные транзисторы, квантовые компьютеры и др., требует наличие технологии роста эпитаксиальных плёнок, толщиной от нескольких долей до десятков нанометров с заданными электрофизическими свойствами. Свойства этих слоёв (однородность, кристалличность, деформация решеток и резкость гетерограниц) и определяют характеристики готового изделия. Это обстоятельство предопределяет необходимость развития методов диагностики реальной структуры, которые не только дают информацию о структурных параметрах исследуемых образцов, но и позволяют оптимизировать технологию роста требуемых гетерокомпозиций.

Рентгеновское, а также синхротронное излучение предлагает уникальные возможности неразрушающего определения широкого набора функционально значимых свойств материалов современных высоких технологий.

На примере исследований различных полупроводниковых гетероструктур (в том числе сверхрешёток) широко используемых в твердотельной микро-, опто- и наноэлектронике, будут показаны возможности методов рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии, применяемые для изучения их структурных характеристик. Достоинствами этих методов являются как их неразрушающий характер, так и высокое пространственное разрешение, а также возможность изучения особенностей структуры с масштабами порядка длины волны рентгеновского излучения.

Будет продемонстрировано, что совместный анализ кривых рентгеновского отражения и рефлектометрии позволяет получать достоверную информацию о толщине эпитаксиальных слоев, степени размытости гетерограниц между слоями, составе эпитаксиальных слоев, а также о структурном качестве отдельных слоев гетероструктуры. При этом дифракционный

методы более чувствительны к составу и присутствию дефектов в кристаллической решетке, а метод рентгеновской рефлектометрии - к морфологии интерфейсов и электронной плотности в приповерхностных областях кристалла.

На примере различных объектов будет показано, что методы рентгеновской диагностики позволяют определять толщины выращенных наноразмерных слоёв с точностью порядка 2-3%, что позволяет создать нанолитейку, точность которой составляет несколько десятых нанометра. Кроме того, в случае исследования слоёв тройных и более соединений имеется возможность с большой точностью (0.1-1%) определять химический состав внедренной примеси.

Методы трехмерной электронной микроскопии в изучение коннектомов

А.А. Полилов

МГУ им. М.В. Ломоносова, Биологический факультет

Коннектомика, или исследование структуры связей в нервной системе – одно из основных направлений нейробиологии XXI века. Особое значение для понимания механизмов работы нервной системы человека и животных имеет изучение полных коннектомов – реконструкция всех связей всех нейронов головного мозга или ЦНС. Существует много подходов к изучению коннектомов, но только электронная микроскопия позволяет получить исчерпывающую информацию о нейронной сети и контактах между нейронами. На сегодняшний день известен только один полный коннектом для нематоды *Caenorhabditis elegans* (White et al., 1986). Нервная система *C. elegans* насчитывает всего 302 нейрона и они имеют 7000 синапсов, но на ее изучение у команды специалистов ушло более 12 лет, а окончательная трехмерная модель ЦНС появилась только несколько лет назад (Varshney et al., 2011). Работа над этим коннектомом шла классическим методом – серийной трансмиссионной электронной микроскопией, это крайне трудоемкий процесс получения и анализа тысяч ультратонких срезов. Потеря или сильная деформация двух срезов подряд делает практически невозможной реконструкцию нейронной сети, поскольку диаметр многих нервных отростков сравним с толщиной двух срезов, и их становится невозможно проследить, и приходится начинать все с начала. Линейные размеры мозга мыши не сравнимо больше максимальных размеров ультратонких срезов, но даже если предположить, что технически станет возможно порезать весь мозг на ультратонкие срезы, у мыши около 10^8 нейронов и около 10^{12} синапсов, и на посторенние полного коннектома потребуется 4.5 млн человека-лет (Plaxa et al., 2014). В мозге человека нейронов еще на три порядка больше. Таким образом исследования полных коннектомов других объектов несколько десятилетий были невозможны. Но прогресс не стоит на месте, и в последние годы появились новые технологии и оборудование, позволяющие значительно ускорить этот процесс.

Обзор основных методов электронной микроскопии, применяемых при изучении коннектомов:

1. Serial TEM (Takemura et al., 2013).

Классическая методика, при которой из объекта залитого в полимерную смолу получают серии ультратонких срезов и они исследуются при по-

мощи трансмиссионного микроскопа. Существенным недостатком этого метода является высокая вероятность потери или деформации срезов.

2. Tape serial TEM (automated tape-collecting ultramicrotome) (Hayworth et al., 2006, 2014).

Как и классическая методика работы с ультратонкими срезами, эта технология основана на получении и анализе серия срезов, но для сбора срезов используется движущаяся лента. Это позволяет увеличить размер срезов, значительно ускорить процесс резки, а также улучшить качества срезов, поскольку их не нужно переносить вручную.

3. Face-block SEM (Denk, Horstmann, 2004; Wilke et al., 2013).

Как и предыдущие, эта методика основана на получении физических срезов объекта, но информация получается не с самих срезов, а с поверхности блока с помощью сканирующего электронного микроскопа (обычно в обратно рассеянных электронах). Данная методика снимает все проблемы с потерей срезов. Единственной слабой стороной является невысокое разрешение по оси Z (около 20 мкм).

4. FIB-SEM (Knott et al., 2008; Bushby et al., 2011)

Один из самых распространенных на сегодняшний день методов трехмерной электронной микроскопии. Основным преимуществом этого метода является то, что вместо ножа используется ионный луч, который стравливает поверхность объекта между сканированиями, что позволяет получать очень высокие разрешения во всех трех плоскостях. Главное ограничение – максимальный размер объекта – 100 мкм, после этого начинаются артефакты работы ионного луча.

5. «Hot knife ultrathick sectioning» + FIB-SEM (Hayworth et al., 2015)

Методика основанная на двухлучевой электронной микроскопии, но объект предварительно нарезается на срезы по 20 мкм толщиной при помощи микротомы. Нагрев ультразвукового ножа до 60°C позволяет минимизировать потери на поверхностях срезов. Полученные срезы по отдельности сканируются в FIB-SEM, и далее полученные данные со всех срезов объединяются в единый стек.

Благодаря такому набору технологий стало возможно исследовать полные коннотомы объектов различных объектов: FIB-SEM для животных до 100 мкм в одном из измерений, Face-block SEM для объектов до 1 мм размером, и Hot knife FIB-SEM для объектов любого размера.

Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия для исследования биоматериалов

Е.И. Суворова

Институт кристаллографии им.А.В. Шубникова, г. Москва, Россия

Методы электронной микроскопии – сканирующая (СЭМ), просвечивающая (ПЭМ), сканирующая просвечивающая (СПЭМ) электронная микроскопия, дифракция электронов, рентгеновская энерго-дисперсионная спектрометрия (ЭДС) - представляют наиболее полную информацию о структуре, морфологии и размерах микро- и наносистем вплоть до атомного уровня.

На примерах нескольких типов образцов, относящихся к биоматериалам, показана необходимость использования последовательно СЭМ и ПЭМ при характеристике поверхности, структуры и химического состава. Для биообразцов (бактерии, костная и мягкие ткани организмов и т.д.), как правило, важным условием является получение обзорного изображения объекта с глубоким фокусом, так как такие материалы часто имеют пористую структуру. Одним из самых сильных преимуществ СЭМ является возможность исследования объемных образцов. Современная аналитическая СЭМ позволила исследовать механизм патологической биоминерализации и разрушения костной ткани (Рис.1), провести характеристику морфологии композитных биоматериалов на основе гидроксиапатита, а также бактериальной целлюлозы и наночастиц металлов.

Просвечивающая электронная микроскопия и электронная дифракция обеспечивают информацию о фазовом составе образца на микро- и нано-уровне. Высокорастворяющая ПЭМ и картины электронной дифракции позволили выявить разные фазы фосфата кальция в костной ткани и минеральном осадке на сердечных клапанах, а также установить возможность седиментации и раздела фаз в модельных экспериментах по биоминерализации в условиях микрогравитации.

СПЭМ и ЭДС успешно применены для исследования взаимодействия бактерий и различных неорганических веществ. Пример характеристики биогенных наночастиц с помощью СПЭМ и ЭДС представлен на Рис. 2. Показано, что происходит восстановление хорошо растворимых в воде токсичных хроматов с Cr(VI) до относительно нетоксичных форм Cr(III) при наличии и отсутствии примесных ионов железа.

Характеризация наночастиц обычно включает применение всех методов электронной микроскопии. Например, СПЭМ и ЭДС показали образование композитных частиц Se/полимер в коллоидном растворе при восстановле-

нии Se. Доля органической компоненты в частице достигала в зависимости от природы полимера и условий синтеза 80 % (Рис.3). Экспериментальные электронограммы от композитных частиц и моделированные картины электронной дифракции Se с разными структурами подтвердили отсутствие частиц аморфного селена.

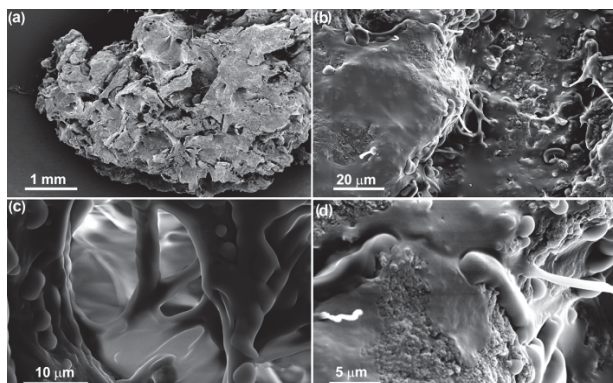


Рис. 1. Изображения СЭМ патологически измененной костной ткани с пониженной минеральной плотностью: разрастание органической ткани и нарушение строения кровеносных сосудов.

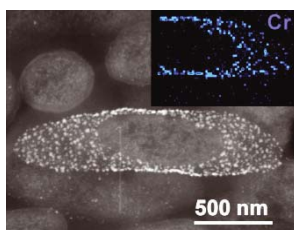


Рис. 2. СПЭМ изображение частиц оксида Cr на бактерии, участвующей в восстановлении хромата и карта распределения Cr.

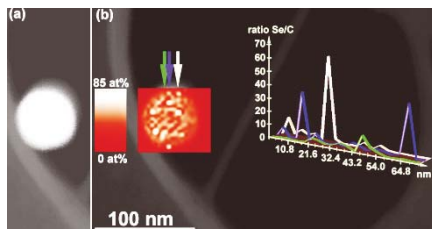


Рис. 3. СПЭМ изображение композитной частицы Se и профиль распределения Se и органического углерода в частице.

I.

Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений

Исследование влияния толщины оксидных наноразмерных структур титана на их мемристорные свойства

В.И. Авилов, В.А. Смирнов, О.Г. Цуканова

*Южный федеральный университет,
344006, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, 105/42, Россия*

Перспективным применением мемристорных структур является использование при изготовлении элементов резистивной оперативной памяти (RRAM) окислов металлов. К основным достоинствам такой памяти можно отнести энергонезависимость, высокое быстродействие, малые размеры ячейки записи информации, а также низкое энергопотребления.

Существует большое количество окислов металлов, которые обладают мемристорным эффектом и могут быть использованы для изготовления структур элементов RRAM. Оксид титана (TiO_2) является одним из перспективных и наиболее изученных бинарных окислов металлов, который обладает высокой скоростью переключения между состояниями с высоким и низким сопротивлением около 5 нс. Оксидные пленки, обладающие мемристорным эффектом, были получены различными методами, например методом атомного послойного осаждения, магнетронным и импульсно-лазерным осаждением и т.д. Однако, для придания оксиду титана мемристорных свойств требовалось проведение дополнительных операций термического отжига в водород содержащей среде или достаточно длительных операций электроформовки. Экспериментальные исследования мемристорного эффекта оксидных наноразмерных структур титана, полученных методом локального анодного окисления, показали, что полученные оксидные наноразмерные структуры (ОНС) обладают достаточно равномерным мемристорным эффектом без проведения дополнительных технологических операций [1].

Целью работы является исследование влияния толщины оксидных наноразмерных структур титана на особенности возникновения в ОНС мемристорного эффекта методами атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Экспериментальные исследования проводились на тонкой пленке титана, осажденной на поверхность структуры SiO_2/Si методом магнетронного распыления. Формирование ОНС титана с различной толщиной проводилось методом локального анодного окисления на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro (НТ МДТ, Россия). В результате на поверхности пленки титана были получены ОНС (рис. 1, а), толщина которых составляла 1,7; 2,5 и 3,2 нм. Затем для исследования мемристорных свойств ОНС титана проводились измерения вольтамперных характеристик в режиме токовой АСМ спектроскопии, представленные на рис. 1, б-г.

Анализ представленных ВАХ показал, что полученные методом ЛАО ОНС титана проявляют мемристорный эффект и переключаются между состояниями с высоким и низким напряжением при приложении импульса напряжения $\pm 2,4$ В. Исследования показали, что увеличение высоты структуры с 1,7 до 3,2 нм приводит к снижению максимального тока в состоянии с низким сопротивлением с 4,65 до 0,03 нА.

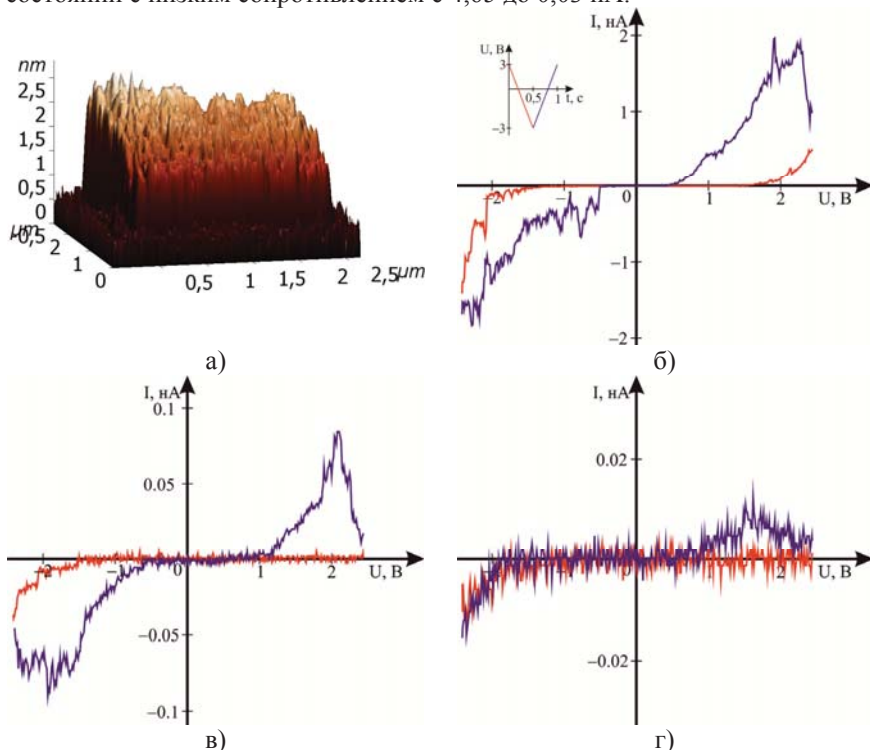


Рис. 1. а) АСМ-изображение исследуемой ОНС титана и измерение вольтамперных характеристик полученные для структуры с толщиной б) – 1,7 нм; в) – 2,5 нм и г) – 3,2 нм.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов формирования элементов резистивной памяти на основе оксидных наноразмерных структур титана.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-07-31322 мол_a.

Список литературы:

1. V.I. Avilov, O. A. Ageev, V.A. Smirnov. Semiconductors, 2014, Vol. 48, No. 13, pp. 1757–1762.

Разработка и исследование технологии наноразмерной взрывной литографии на основе фокусированных ионных пучков

О.А. Агеев, О.И. Ильин, А.А. Федотов, Н.Н. Рудык

Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, 374928, г. Таганрог, Ростовская обл., Россия

Получение наноразмерных структур с контролируемой топологией, сформированных в заданном месте, является основной задачей при создании элементной базы нанoeлектроники и наносистемной техники. Особый интерес представляют задачи, по созданию каталитических областей с размерами от нескольких десятков нанометров для выращивания одиночных углеродных нанотрубок (УНТ) [1]. В связи с чем, решение проблемы упорядочивания и позиционирования металлических частиц на подложке является актуальной задачей.

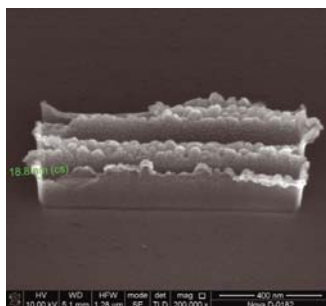
Целью представленной работы является разработка и исследование технологии наноразмерной взрывной литографии на основе фокусированных ионных пучков.

В работе представлены результаты разработки и исследования технологии наноразмерной взрывной литографии позволяющей сформировать металлические области с размером от 10 нм.

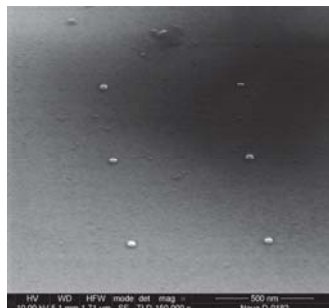
На Si подложку, методом импульсного лазерного осаждения, напылялся жертвенный слой на основе пленки оксида цинка толщиной 100 нм. Полученная структура подвергалась травлению фокусированным ионным пучком (ФИП) на РЭМ NovaNanolab 600 (FEI), в результате чего были сформированы тестовые топологии. При этом, в отличие от электронно-лучевой литографии (сопоставимой по разрешающей способности) данная технология позволяет исключить операции, связанные с сушкой, экспонированием, проявлением и задубливанием резиста. Далее, методом магнетронного распыления на образец наносилась пленка Ni толщиной 15 нм. После образец подвергалась травлению в водном растворе аммиака.

Полученные тестовые структуры исследовались с помощью РЭМ Nova Nanolab 600 (рис.1). После, образец с литографией помещался в модуль для выращивания УНТ методом PECVD, где проводился рост. После роста УНТ проводился РЭМ-анализ выращенных структур.

Установлено, что рост проходил в местах, определенных литографией. Выращены массивы УНТ в локальных областях, а также одиночные нанотрубки на каталитических центрах (рис.2) с размером менее 50 нм.



а)

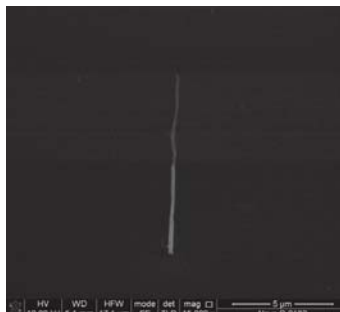


б)

Рис. 1. Изображения РЭМ (Nova Nanolab 600) структур после «взрыва»: а) вертикальные стенки Ni толщиной 19 нм; б) единичные каталитические центры диаметром 30 нм.



а)



б)

Рис. 2. Изображения РЭМ (Nova Nanolab 600) выращенных УНТ: а) массив УНТ на локальных каталитических областях; б) одиночная УНТ на единичном каталитическом центре

В результате проведенной работы, была разработана технология наноразмерной взрывной литографии, с прецизионным контролем толщины и высокой однородностью жертвенного слоя, возможностью проведения высокотемпературных технологических процессов, за счет устойчивого к температуре жертвенного слоя ZnO и использованием любых материалов осаждения за счет большого набора селективных травителей ZnO. Литография по жертвенному слою методом ФИП позволяет избежать операций, связанных с сушкой резиста, его проявлением и задубливанием.

1. O.A. Ageev, O.I. Ilin, A.S. Kolomyitsev, M.V. Rubashkina, V.A. Smirnov, A.A. Fedotov, Advanced Materials Research, (2014), 894, 355-359, DOI: 10.4028 / www.scientific.net/AMR.894.355

Меры для калибровки растровых электронных микроскопов в широком диапазоне увеличений

В.П. Гавриленко¹, А.В. Заблочный², А.А. Кузин², А.Ю. Кузин¹,
В.Б. Митюхляев¹, П.А. Тодуа¹, М.Н. Филиппов^{1,3}

¹ ОАО «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума», 119421, г. Москва, ул. Новаторов 40, корп.1

² Московский физико-технический институт, 141700, Московская область, г. Долгопрудный, Институтский пер., 9

³ Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, 31

В ОАО «НИЦПВ» разработаны рельефные меры МК-РЭМ-1.0К для калибровки растровых электронных микроскопов в широком диапазоне увеличений – от $\times 10$ до $\times 100K$ с учетом требований стандарта ASTM E766-98 (2008) [1]. Мера представляет собой совокупность рельефных шаговых структур с номинальными значениями шага от 0,6 мкм до 4 мм на поверхности (100) кремниевой монокристаллической пластины размером 10×10 мм². Значение шага определяется как расстояние между центрами рельефных элементов.

Рельефные структуры сформированы с применением метода электронной литографии и образованы полосками W (рис.1) субмикронной высоты на Si для значений шага в диапазоне (180 мкм - 4 мм) и канавками трапециевидальной или треугольной формы в кремнии (рис.1б) для значений шага 80 мкм и менее. Расположение рельефных элементов вдоль осей X и Y позволяет проводить калибровку увеличения по осям X и Y по одному кадру.

Для аттестации значений шага меры и обеспечения прослеживаемости результатов измерений к государственному первичному эталону метра разработана методика, основанная на использовании керамической концевой меры длины фирмы Mitutoyo номинальным размером 4 мм (0 класса точности), и вспомогательной многоэлементной шаговой структуры с общей длиной структуры 4 мм. Указанная методика реализуется с использованием растрового электронного микроскопа автоэмиссионного типа S-4800, который в данном случае работает в режиме компарирования, осуществляя методом «деления» переход от длины элемента 4 мм к меньшим размерам вплоть до 2 мкм. Во избежание эффектов зарядки на концевую меру напылялся тонкий (менее 100 нм) слой Au.

Составлен бюджет неопределенности при аттестации шаговых структур меры, который включает в себя источники неопределенности, связанные с:

- различным положением по высоте компарируемых структур;

- локализацией края концевой меры из-за конечности толщины напыленного слоя Au и конечности области взаимодействия электронного пучка;
- погрешностью аттестации концевой меры;
- неоднородностью края шаговых структур;
- шумами видеотракта РЭМ;
- дисторсией изображения РЭМ.

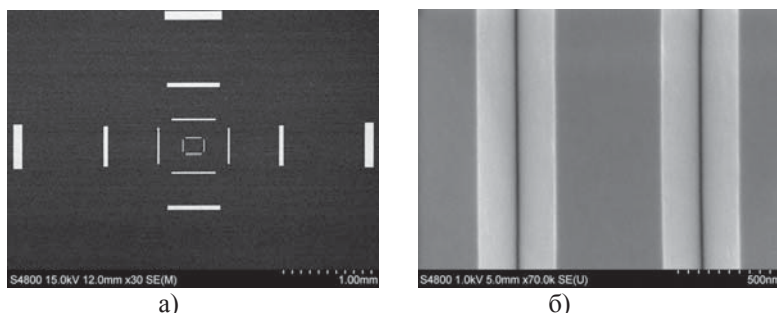


Рис.1. РЭМ-изображение шаговых структур, образованных полосками W на Si (рис. 1а) и канавками треугольной формы в Si (б).

В результате достигнуты следующие показатели точности при аттестации структур меры: пределы допускаемых отклонений от паспортных значений шага шаговых структур меры составляют 0,15 % в диапазоне значений шага (3 – 4000) мкм и 5 нм для значений шага менее 3 мкм.

В работе также рассмотрены требования к условиям проведения калибровки и режимам работы РЭМ, которые позволяют достичь более высоких показателей точности при проведении линейных измерений в РЭМ.

1. ASTM E 766-98 (2008). Standard Practice for Calibration the Magnification of a Scanning Electron Microscope.

Режимы гибридного наноскопа для проведения комплексных исследований.

В.Д. Гелевер, Е.Ю. Усачев, А.А. Манушкин

Московский государственный технический университет Радиотехники, Электроники и Автоматики, г. Москва, 5-я улица Соколиной Горы, д. 22.gelgan@yandex.ru

Для более полного удовлетворения современных потребностей исследований поверхности и структуры объектов на микро и наноуровне был разработан гибридный наноскоп (ГН) эконом класса для наноиндустрии с ориентацией на обеспечение возможности работы в вакууме и на воздухе с наноструктурными объектами размером в несколько миллиметров. ГН имеет модульную конструкцию, которая позволяет оптимально сочетать основные типы микроскопов, а также спектроскопические детекторы. При этом с минимальными затратами может меняться специализация заменой, исключением и (или) добавлением отдельных модулей.

Фактически разработанный ГН – это РЭМ максимально адаптированный для оптимальной работы в рентгеновском режиме. Так как главным функциональным элементом для электронных микроскопов и рентгеновским разборных трубок является колонна (система магнитных линз и отклоняющих систем), то она была выбрана в качестве основного элемента конструкции в настольном варианте электронно-зондового модуля. На колонне ГН были размещены элементы откачной системы и детекторы с отбором вторичных и обратноотраженных электронов через канал последней (объективной) линзы (ОЛ). Линзы были жестко скреплены и установлены на столе в варианте, когда ОЛ находится сверху и пространству около ее и над ней полностью свободно. Это позволило применить сменные полюсные наконечники в ОЛ, а также различные варианты столиков и камеры. Кроме того, можно оптимально и с минимум затрат размещать различные детекторы, в том числе рентгеноспектральные, микроскопы и устройства.

В ГН режим рентгеновской наноскопии осуществлен за счет перехода на ближнефокусный режим, когда объекты размещаются на микронных и субмикронных расстояниях от фокусного пятна с применением соответствующих по толщине подложек. Современные технологии позволяют получать вакуумноплотные, микронные и субмикронные мембраны из Be, Si, Si₃ N₄, C и др. В этом режиме необходимо использовать координатно-чувствительные детекторы с размерами сторон на уровне 20мм с размещением их от объекта на расстоянии такого же уровня. При этом режим вторичных электронов РЭМ использовался как вспомогательный для фокусировки электронного пучка на мишени [1]. В результате рентгеновская часть имеет небольшие габариты, что облегчает защиту от рентгена, установку и

замену детекторов. Быстрый переход из электронного режима в рентгеновский режим осуществляется путем замены объекта на рентгеновскую мишень с последующим размещением объекта и детектора на воздухе. Одно и того же места объекта в вакууме и на воздухе можно исследовать с помощью электронных пучков, рентгена, острия зондового микроскопа и света, а также спектральных детекторов. Для проведения комплексных исследований возможно реализация следующих основных вариантов сочетания разных микроскопов и их режимов:

1. РЭМ – вторичные, обратноотраженные, прошедшие электроны и прошедший рентген. Вакуум.

2. РЭМ – вторичные и обратноотраженные электроны + проекционный рентгеновский режим. Вакуум.

3. Рентген -проекционный и растровый режимы, рентгеноспектральный анализ +СЗМ +РЭМ обратноотраженный электроны + оптический микроскоп. Атмосфера.

4. РЭМ – вторичные и обратноотраженные электроны +СЗМ. Вакуум.

Сейчас ведется в основном отработка рентгеновских и электронных режимов. Для СЗМ с одним из их разработчиков предварительно согласована конструкция, срок изготовления и стоимость СЗМ. Мы готовы изготавливать по заказу приборы практически с любой комплектации. К настоящему времени изготовлена партия экспериментальных ГН (**Рис.1**). Это дает возможность вести работы по отработке параметров ГН, проводить исследовательские работы, совмещая это с обучением студентов.

1. Гелевер В.Д. Патент РФ № 2452052 от 27.12.12. Рентгеновский микроскоп наноразрешения.



Рис. 1. Экспериментальные образцы гибридных наноскопов.
“Кентавры, вперед!”

Моделирование работы просвечивающего электронного микроскопа на графических процессорах

А.В. Дубиненц, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, В.В. Ткачев, В.С. Плотников

*Дальневосточный федеральный университет,
г. Владивосток, ул. Суханова 8, 690950*

Основная характеристика просвечивающего электронного микроскопа - разрешающая способность, которую можно описать как наименьшее расстояние между двумя объектами на котором они различимы. Она определяется дифракционными свойствами линзы и аберрациями, которые могут сильно мешать правильной интерпретации электронно-микроскопического (ЭМ) изображения. В таком случае исследователь может прибегнуть к методам моделирования.

На сегодняшний день существует два, наиболее распространенных, метода расчета ЭМ изображения: метод Блоховской волны и многослойный метод. Они различаются теорией на которой основаны методы, реализацией и эффективностью для различных входных данных, но для обоих методов первый этап, расчета проецированного электронного потенциала, одинаков. Задача расчета электронного потенциала является типичной для параллельных систем [1], за счет независимости расчетов между пикселями изображения.

Конечный вид выражения для расчета проецированного потенциала атома [2]:

$$V_z(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} V(x, y, z) dz = 4\pi^2 a_0 e \sum_i a_i K_0(2\pi \sqrt{b_i}) + 2\pi^2 a_0 e \sum_i \frac{c_i}{d_i} \exp(-\frac{\pi^2 r^2}{d_i}) \quad (1)$$

где $K_0(x)$ модифицированная функция Бесселя нулевого порядка, (a_i, b_i, c_i, d_i) параметры рассеяния атома с номером i , для радиус-вектора r .

Анализ реализации алгоритма расчета потенциала для непараллельной системы, на одном процессоре показала, что значительная часть времени тратится на вычисление функции Бесселя и может превышать 1 час, для модели размером в 60000 атомов. Для ускорения расчета потенциала модели, мы использовали видеокарту в качестве расчетной станции.

Все расчеты производились на видеокартах NVIDIA GTX 680 и 690, которые поддерживают выполнение более чем 1500 одновременных потоков, в качестве программного интерфейса был выбран CUDA. Алгоритм был

переработан [3], поверх атомов создавалась регулярная сетка с размером блока $12\text{\AA} \times 12\text{\AA}$, таким образом, существующие атомы объединялись в ячейки и при запуске ядра поток обращается только к той ячейке атомы, которой будут вносить значительный вклад потенциала в узел. Параллельно с организацией структуры входных данных, была оптимизирована работа с памятью [4]. Использована константная память, при ее небольшом размере в 64 КБ, из которых часть занята под константы, был организован конвейер в 4608 переменных в константной памяти, что дало прирост производительности в 22%. Далее было уменьшено количество обращений к глобальной памяти, путем расчета 4 узлов внутри одного потока, что дало нам еще прирост на 28%.

Таким образом изменив алгоритм расчета и заменив CPU на GPU в качестве модуля расчета, мы добились увеличения производительности около 100 раз, уменьшив время расчета с 1 часа до 50 секунд для модели в 60000 атомов. Дальнейший путь увеличения производительности возможен при использовании, с аппаратной точки зрения, разделяемой памяти, устранении коллизий памяти, с алгоритмической точки зрения, использование графовых или иных структур при организации регулярной сетки.

Исследование выполнено при поддержке Программы «Научный фонд» ДВФУ.

1. Вычислительная математика и структура алгоритмов. В.В.Воеводин.-М.: Изд-во МГУ, 2006.-112 с.
2. *E.J. Kirkland*, *Advanced Computing in Electron Microscopy*, Plenum New York, 1998.
3. *C.I. Rodrigues*, *GPU Acceleration of Cutoff Pair Potentials for Molecular Modeling Applications*
4. *David B. Kirk/NVIDIA Corporation and Wen-mei Hwu*. Published by Elsevier Inc, 2010

Обзор математических моделей электронной оптики изображающих систем

В.Я. Иванов

*Институт вычислительных технологий СО РАН, 630090, г. Новосибирск,
просп. Акад. Лаврентьева 6, Россия*

Задачи электронной оптики имеют весьма различные формулировки. Так например, хорошо известно деление этих задач на два класса: нелинейные самосогласованные задачи оптики интенсивных пучков заряженных частиц и прецизионные задачи оптики изображающих приборов. Разные физические проблемы порождают и различные математические модели. В данной работе мы даем обзор и сравнительный анализ вычислительной эффективности для четырех моделей: метода установления, содели “трубок тока”, абберационный подход и метод главного луча.

Метод установления основан на использовании нестационарного алгоритма для решения стационарной задачи путем постепенного включения источников поля. Обычно он формулируется в виде комбинации системы уравнений Максвелла для полевой задачи и метода “частиц в ячейке” для моделирования динамики заряженных частиц. Этот метод исключительно полезен для исследования режимов неустойчивости статических задач, но он очень не эффективен по сравнению с другими методами решения стационарных проблем.

Метод “трубок тока” [1] является наиболее популярным при моделировании стационарных задач оптики интенсивных пучков. Он включает систему уравнений нелинейных задач самосогласованного поля: уравнение поля (уравнение Пуассона), уравнение движения частиц в форме Лоренца и уравнение непрерывности зарядов и токов. Такой метод имеет различные формулировки для ламинарных и не ламинарных пучков заряженных частиц.

Абберационный подход [2-4] является одной из версий метода последовательных приближений в теории возмущений применительно к световой оптике и оптике заряженных частиц. Основная идея метода заключается в использовании разложений для уравнений поля и траекторий в полиномиальные ряды по степеням физически малых параметров задачи. Это дает значительные преимущества по сравнению с вышеописанными методами как по исключительно высокой точности численных решений, так и по значительному сокращению времени решения задачи. Недостаток абберационного подхода состоит в том, что он применим только для узких пучков.

Метод главного луча, предложенный Гринбергом, объединяет в себе положительные стороны методов “трубок тока” и теории аббераций [5], [8], снимая ограничения для узких пучков и оставляя преимущества высокой точности и малого времени решения. Он применим как к решению стационарных, так и не стационарных задач электронной оптики.

Анализ математических моделей иллюстрируется примерами расчетов реальных приборов физической электроники на основе пакетов прикладных программ для двумерных и трёхмерных задач, разработанных автором [1-9].

1. *Астрелин В.Т., Иванов В.Я.* Пакет программ для расчета характеристик интенсивных пучков релятивистских заряженных частиц//Автометрия, 1980, №3.- С.92-99.
2. *Иванов В.Я.* Методы автоматизированного проектирования приборов электроники. Ч.1: Методы расчета физических полей.-Новосибирск: Изд-во ин-та математики, 1986.-194 с.
3. *Иванов В.Я.* Методы автоматизированного проектирования приборов электроники. Ч.2: Методы решения задач электронной оптики.-Новосибирск: Изд-во ин-та математики, 1986.-194 с.
4. *V. Ivanov et al.* Proc. XX Int. Congress on High Speed Photography and Photonics. Victoria, Brit. Columbia, Canada.- 21-25 sept., 1992.
5. *V. Ivanov.* //Proc. 2nd Int. Conf. on Computations in Electromagnetism. Nottingham, May 13-15, 1994. UK.
6. *V.Ivanov, V.Brezhnev.* New formulation of the synthesis problem in electron optics //Nucl.Instrum.Meth. A519, P.117-132, 2004.
7. *V.Ivanov.* Green's Function Technique in Forming of Intensive Beams, Int. J. of Modern Physics A, Vol.24, No.5 (2009) 869-878.
8. *V. Ivanov.* New Approach in Aberration Theory for Solving of 3D Electron Optic ProblemsИзвестия ВУЗов, серию Физика, Т57, №11/3, 2014.- с.136-139.
9. *V. Ivanov.* Analytical Technique in the Boundary Element Method for 3D self-consistent Problems of Electron Optics. Submitted to the “Imaging and Microscopy”.

Устройство манипулирования микрообъектами для электронной микроскопии

А.В. Иржак^{1,2}, В.А. Дикан², А.В. Маширов³, Д.И. Захаров², В.С. Афонина, П.В. Мазаев³, А.М. Жихарев³, В.С. Калашников³, В.В. Коледов³, Н.Н. Ситников⁴, А.В. Шеляков⁴, В.Г. Шавров³

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

2 Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

3 Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, г. Москва, Россия

4 Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

Работа посвящена устройствам захвата микро- и нанообъектов с рабочим телом на основе быстрозакаленного сплава с эффектом памяти формы Ti_2NiCu . Описаны способ изготовления композитного наноактюатора и конструкция устройства-манипулятора на его основе, а также эксперименты по захвату и перемещению объектов субмикронных размеров.

Для создания устройства была применена схема изготовления композитного актюатора, предложенная в [1] (Рис. 1), к ленте сплава Ti_2NiCu , полученной сверхбыстрой закалкой из расплава [2].

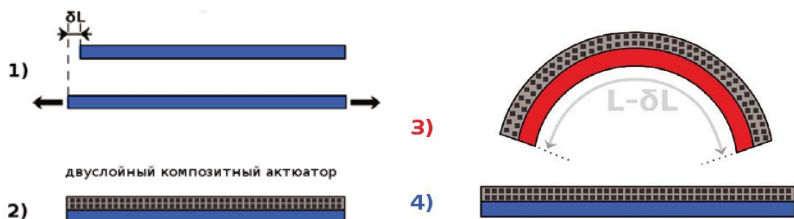


Рис. 1. Схема двухслойного композита 1) предварительно растянутый слой с ЭПФ; 2) композит после нанесения упругого слоя; 3) композит при температуре выше точки аустенитного перехода; 4) композит после охлаждения до исходной температуры.

Формирование композитных микроструктур и исследование в них эффектов гигантских деформаций при нагреве проводили в камерах ФИП-установок. Сначала на боковом торце ленты сплава формировали плоскую

поверхность и наносили на нее слой платины толщиной 300-500 нм, шириной 1-2 мкм и длиной 10-20 мкм для создания упругого слоя композита. Затем, вблизи слоя платины формировали прямоугольное отверстие таким образом, чтобы суммарная толщина сплава Ti_2NiCu и платины составила 0,8-1 мкм. В результате, образцу придавалась форма консоли с просветом на конце для обеспечения возможности управляемого обратимого прогиба (Рис. 2). Полученный образец композитной микроструктуры с ЭПФ служит рабочим телом нанопинцета.

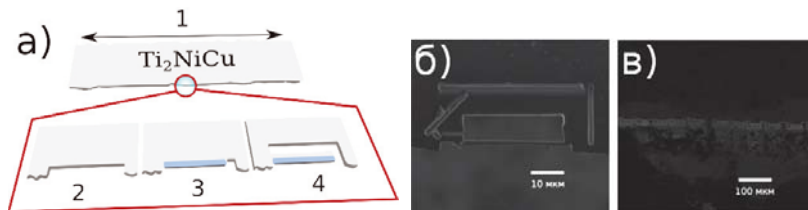


Рис. 2. Формирование рабочего тела нанопинцета. а) схема формирования наноактюатора на краю ленты сплава с ЭПФ 1 - предварительно растянутая лента Ti_2NiCu , 2 - заготовленная на краю ленты площадка под наноактюатор, 3 - заготовка после осаждения слоя Pt, 4 - заготовка со сформированным просветом; б, в) СЭМ-изображения сформированного отдельного и ряда наноактюаторов.

Тестирование опытных образцов наноактюаторов проводили, закрепляя их на конце иглы микроманипуляторов OmniprobeTM и KleindiekTM. Нагрев осуществляли при помощи полупроводникового ИК-лазера, излучение которого было сфокусировано на предметном столике ионного сканирующего микроскопа.

Скорость срабатывания нанопинцета определяется скоростью прямого и обратного фазового перехода мартенсит-аустенит и скоростью срабатывания электронной системы управления нагревом. Измеренная скорость срабатывания составила менее 200 мс. Количество циклов «сжатие-разжатие» нанопинцета составило более 150 раз. При этом после 2-3 цикла наблюдалась некоторая деградация нанопинцета, т.е. композиционная балка приобретала постоянный изгиб, далее деградации не наблюдалось. Температура не превышала 100 °С.

1. Патент РФ № 2381903 - Композитный функциональный материал / Кирилин А.Г., Коледов В.В., Кучин Д.С. et al. // - 2010

2. Гигантские обратимые деформации композитного материала с эффектом памяти формы / Иржак А.В., Калашиников В.С., Коледов В.В. et al. // Письма в ЖТФ - 2010 - Vol. 36, - № 7.

Гибридный электронно-зондовый 3D нанопринтер – наноскоп

В.В. Казьмирук¹, С.П. Червонобродов², И.В. Яминский³

¹ ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² ФГБУН Институт химической физики РАН, г. Москва

³ МГУ им. М.В. Ломоносова, г. Москва

В докладе представлена установка, позволяющая контролируемым образом создавать в условиях лаборатории различные приборные структуры с нанометровыми размерами элементов. В отличие от традиционной 3D печати, использующей нанонити или порошки, предлагается использовать т.н. наногибридные технологии, в частности, Super Critical Fluid Deposition (SCFD), Electron Beam Induced Deposition (EBID) и другие. Эти технологии позволяют использовать в качестве рабочих материалов редуцированный графен (rGO), металлы и диэлектрики. Таким образом, становится возможным создавать как различные автономные элементы - прямые провода, посты, подвесные узлы, так и приборные структуры: транзисторы, датчики и т.п.

Основу установки составляют растровый электронный микроскоп (РЭМ) и сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ): туннельный или атомно-силовой (СТМ и АСМ). В зависимости от задачи, каждый из этих приборов может использоваться как для выполнения технологических операций, так и для контроля. Установка выполнена по модульному принципу, который распространен на все подсистемы, что позволяет оптимальным образом сконфигурировать систему в зависимости от задач.

В базовом – бюджетном варианте – использована трехлинзовая электронно-оптическая система (ЭОС) на постоянных магнитах и источник электронов с обычным вольфрамовым катодом. Это позволило существенно уменьшить габариты при сохранении характеристик. Для обеспечения приемлемых характеристик при низких управляющих напряжениях используется промежуточное ускорение электронов по принципу GEMINI колонны. В отличие от использованных нами ранее систем с катодной линзой [1], в данной системе ускоряющий элемент (т.н. бустер) находится внутри колонны, а образец заземлен. Последнее условие является необходимым для совмещения с СЗМ и другими приставками.

В дальнейшем предполагается улучшить характеристики ЭОС за счет использования автоэмиссионного катода либо катода Шоттки и двухлинзовой системы. Для обеспечения высокого вакуума в районе катода при одновременном сохранении малых габаритов дополнительно с откачной

системой на турбомолекулярном насосе будет использована откачка на основе неиспаряемого геттера (non evaporated getter – NEG), расположенного в катодном узле. Одним из достоинств NEG является то, что, в отличие от ионных насосов, он не создает никаких дополнительных полей и наводок вблизи катода и не требует никаких источников питания.

Основным столиком объекта является коммерчески доступный столик с пьезоэлектрическим приводом фирмы SPI; диапазон перемещения по осям X, Y – 13 мм, вращение – 360° . В держателе объекта размещается детектор электронов для работы на просвет. Столик смонтирован на одной платформе с СЗМ. При совместной работе РЭМ – СЗМ вся платформа наклоняется под углом примерно 30° , чем обеспечивается совмещение полей сканирования обоих приборов.

Дополнительно в камере могут быть установлены до 4-х механических зондов для электроизмерений и несколько экструдеров для реализации режимов SCFD и EBID.

1. *В.В. Казьмирук, Т.Н. Савицкая. РЭМ-2011, 2011. С.14*

Оптимизация процесса совмещения в технологии электронно-лучевой литографии наноструктур

В.В. Казьмирук, М.А. Князев, И.Г. Курганов, Н.Н. Осипов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Производительность систем электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ) во многом определяется как временем основных операций, связанных с экспонированием, так и временем вспомогательных процессов, связанных с позиционированием кремниевых пластин под электронным пучком. В связи с этим не малую важность приобретают характеристики и способы обнаружения реперных меток. Такие метки обеспечивают совмещение между рисунками, наносимыми на каждой стадии литографии.

Предлагаемые нами структуры маркерных знаков, показанные на рис.1, содержат две зеркально симметричные тринадцатиеlementные неперидические последовательности Баркера. В такой метке выступы соответствуют положительным значениям кода Баркера, а промежутки между ними – отрицательным. Ширина и расстояние между полосами определяются количеством идущих подряд положительных и отрицательных элементов последовательности соответственно. Ширина одного элемента в данном случае составляет 500 нм, высота 200 нм.

Указанные метки представляют собой никелевые структуры на кремниевой подложке, полученные методом ЭЛЛ, с последующим травлением никеля. Такая структура создает смешанный материальный и топологический контраст в растровом электронном микроскопе (РЭМ).

Для определения положения метки экспериментальный сигнал с детектора РЭМ, например, участка линии сканирования вблизи метки, коррелируется с опорным сигналом (полученным с помощью компьютерного моделирования) метки, и положение максимума на полученной коррелограмме позволяет определить местонахождение метки. Такой подход к процедуре совмещения, при условии определенной его оптимизации, позволяет сократить время технологического процесса при сохранении требуемой точности.

Использование в качестве реперных знаков структур, содержащих неперидическую последовательность [1,2,3], обеспечивает повышенную точность и надежность регистрации их положения по сравнению к широко распространенными крестообразными метками, или состоящими из перидически расположенных полосок. Кроме того, автокорреляционная функция (АКФ) последовательности имеет ярко выраженный автокорреляцион-

ный пик при гораздо более слабых боковых пиках, что не свойственно другим последовательностям. Высокий автокорреляционный пик намного облегчает обнаружение меток в неблагоприятных условиях, таких как, низкие отношения сигнал-шум (ОСШ).

Повышение точности позиционирования может быть достигнуто за счет оптимизации параметров меток, таких как ширина и высота полосок, общий размер, количество элементов метки, а также характеристик электронного пучка: диаметр, точка фокусировки, энергия электронов. Кроме того, следует отметить, что процесс совмещения может быть объединен с операцией определения положения точки фокусировки пучка относительно подложки. Также добавим, что существует возможность использовать процедуру совмещения для определения и коррекции астигматизма.

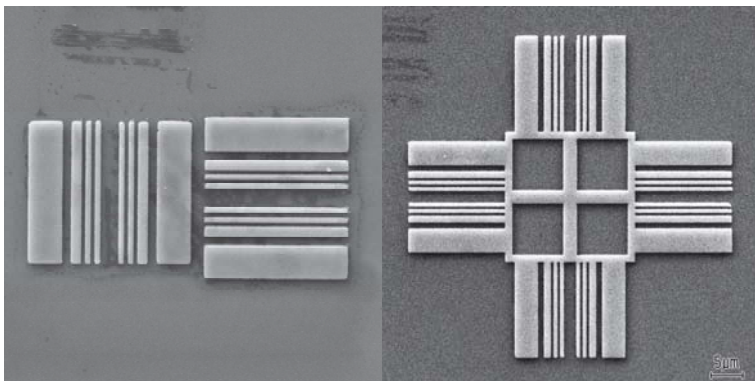


Рис. 1. Маркерные знаки, содержащие код Баркера, полученные методом ЭЛЛ.

1. *D. M. Holburn, G. A. C. Jones, H. Ahmed.* JVST 19, 1981, 1229.
2. *U. Weidenmueller et al.* Proc. of SPIE Vol. 6792, 2008, 679211.
3. *H. Alves et al.* Proc. of SPIE Vol. 6921, 2008, 692101.

Оптимизация электростатического отклонения пучка в низковольтной электронно-зондовой системе для литографии с полем сканирования 200x200 мкм²

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая

ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

В электронно-лучевых установках и растровых электронных микроскопах отклоняющие системы накладывают ограничения на разрешение, размеры поля и производительность систем. Оптимизация отклоняющих систем является необходимым условием при разработке электронно-зондового оборудования удовлетворяющего современные технологические и научные нужды.

На сегодняшний день в РЭМ и ЭЛУ более распространены электромагнитные отклоняющие системы. Однако электростатические отклоняющие системы по сравнению с магнитными обеспечивают более высокие скорости отклонения и технологичны в изготовлении.

В разработанной высокопроизводительной электронно-зондовой системе [1] с полем сканирования 200x200 мкм² использована двухъярусная отклоняющая система, состоящая из двух восьмиполусных электростатических дефлекторов.

Каждый из дефлекторов представляет собой восемь электродов, с помощью которых образуется два взаимно перпендикулярных дипольных поля. Такая конструкция обладает несколькими преимуществами перед классической четырехэлектродной отклоняющей системой: обладает меньшими габаритами, имеет меньшие аберрации отклонения. Такая конфигурация имеет меньшие аберрации также и в сравнениями с другими мультипольными отклоняющими системами [2] Кроме того, двухъярусная компоновка позволяет расположить точку качания электронного пучка (pivot) при сканировании в выбранной точке объективной линзы.

На рис.1 показаны схемы хода пучка при двойном отклонении, когда точка качания находится в центре объективной линзы (слева) или в переднем ее фокусе (справа).

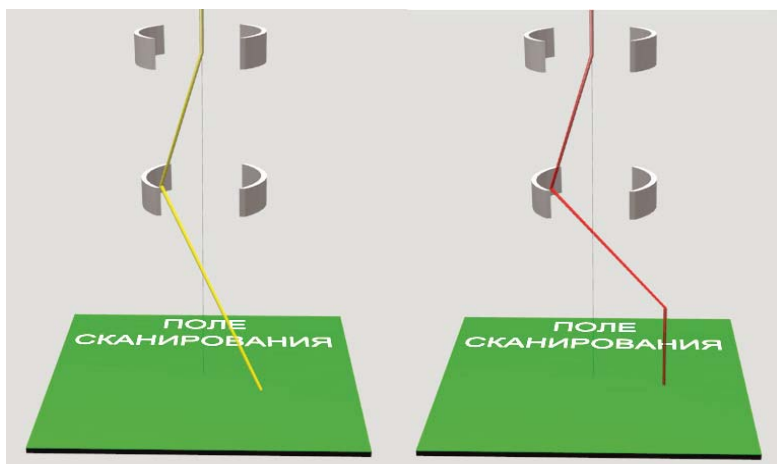


Рис. 1. Схематическое изображение вариантов двойного отклонения пучка. Слева – отклонение через оптический центр линзы, справа отклонение через переднюю фокальную плоскость.

При отклонении через передний фокус линзы в случае идеальной оптической системы с идеальным отклонением, электронный пучок всюду на поверхности мишени будет падать перпендикулярно ее поверхности, что дает возможность избежать ошибок позиционирования, и ошибок при измерения размеров в электронно-зондовой системе.

В работе рассмотрена ЭОС электронно-зондовой системы с двойным отклонением через переднюю фокальную плоскость объективной линзы электростатическими дефлекторами. Расчеты проводились на полях сканирования до 200×200 мкм². Рассчитаны aberrации ЭОС. Исследованы возможности компенсации ошибок позиционирования для электронно-лучевой литографии. Рассмотрена коррекция разворота раstra, появляющегося вследствие фокусировки магнитной объективной линзой.

1. В.В. Казьмирук, Т.Н. Савицкая. XVII Рос. симп. по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел РЭМ-2011, Черноголовка, 2011. С. 14.
2. С.Н. Schaefer. JVSTB, 1986, vol. 4, 1237-1242.

Обработка РЭМ изображений с использованием морфологической и байесовской фильтрации

Т.С. Кириллова, В.С. Плотников, С.В. Полищук, Е.Б. Модин, К.А. Петров

Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Суханова 8, 690950

Проведено исследование аморфной ленты 2НСР. На изображении ленты необходимо выделить объекты и вычислить их морфометрические характеристики, рассчитав размеры визуализированных объектов на изображении. Для обработки исследуемого изображения был использован метод байесовской сегментации на основе распределения Гиббса методом Метрополиса.

Сущность байесовской сегментации состоит в разбиении изображения на неперекрывающиеся области, которое в наибольшей степени соответствует исходному изображению [1].

При использовании метода Метрополиса осуществляется моделирование сегментированного изображения $Z^{(m)}$ с помощью генератора случайных чисел с равномерным распределением вероятности на интервале $[0,1]$ [2]. Далее на том же первом этапе происходит генерация случайного вектора $\rho_{i,j}$, который преобразует $Z_{i,j}^{(m)}$:

$$Z_{i,j}^{(m)} = \begin{cases} 0, & \text{при } \rho_{i,j} \leq P_0, \\ 1, & \text{при } \rho_{i,j} > P_0 \end{cases} \quad (1)$$

где $P_0 = 0,5$ – пороговое значение вероятности. Перед началом второго и последующих шагов формируют промежуточное изображение $\tilde{Z}^{(m)}$, затем рассчитывают совместные распределения вероятностей $\tilde{P}(\tilde{Z}^{(m)}, X)$ и $\tilde{P}(\tilde{Z}^{(m-1)}, X)$, сравнение которых определяет, какое из сегментированных изображений является наиболее вероятным. Если $\tilde{P} > P$, то $Z^{(m)} = \tilde{Z}^{(m)}$. Если $\tilde{P} \leq P$, то вычисляется отношение $\varepsilon = \tilde{P} / P$ и генерируют случайный вектор $\rho_{i,j}^{(m)}$, тогда в расчете по формуле (1) вместо $\rho_{i,j}$ учитывают значения $\rho_{i,j}^{(m)}$, а вместо P_0 стоит ε . Критерий прекращения итерационного процесса – ε обновления отчетов сегментированного изображения $Z^{(m)}$ по сравнению с $Z^{(m-1)}$.

В результате применения алгоритма получено сегментированное изображение (рис. 1. б), на котором выделены следующие объекты: зёрна и кри-

сталлы. Пленка 2HCP имеет сетчатую структуру, серая область на изображении – зёрна, средний размер которых составляет 97 нм, а белые объекты – это выступившие на поверхность кристаллы размером от 2 нм до 38 нм.

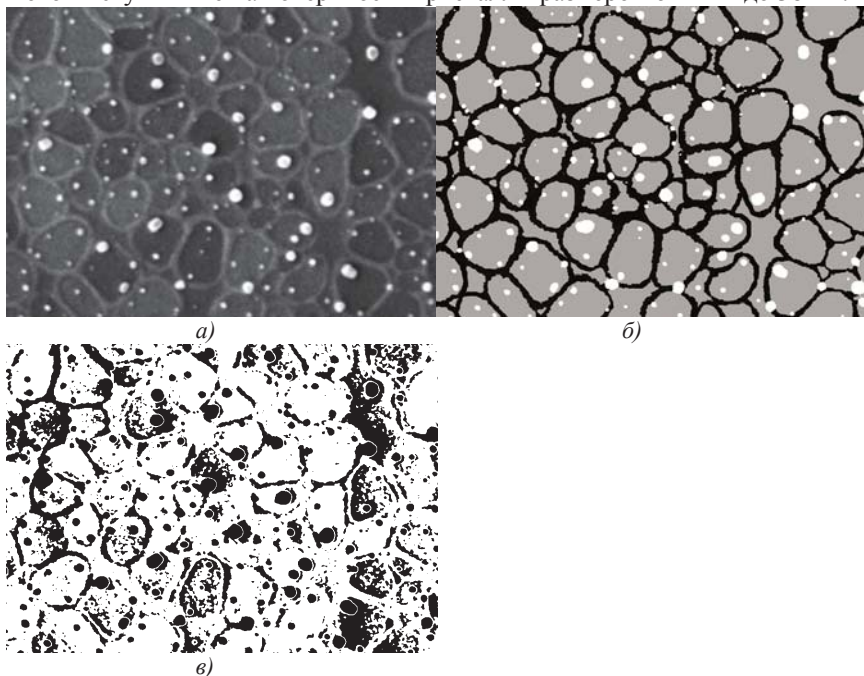


Рис. 1. Изображение аморфной ленты 2HCP (а), сегментированное с помощью байесовского метода изображение (б) и сегментированное с помощью метода пороговой сегментации изображение (в).

Использование байесовского метода сегментации приводит к хорошим конечным результатам, в сравнении, например, с методом пороговой сегментации (рис. 1. в). Применение байесовской сегментации позволяет без дополнительной обработки определять различные морфологические характеристики такие, как размер, форма, количество. Главным плюсом обработки изображений методом байесовской сегментации является автоматизация работы по анализу изображений.

1. Грудин Б.Н., Плотников В.С., Пустовалов Е.В., Полищук С.В., Смольянинов Н.А., Ефремов А.А. Байесовская сегментация электронно-микроскопических изображений наноструктур на основе распределения Гиббса // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77, №8. С. 1092-1096.

2. Грузман И.С., Киричук В.С. Цифровая обработка изображений в информационных системах: учеб.пособие. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2003. 352 с.

Моделирование изображений длинноволновых неоднородностей в аморфных сплавах

К.А. Петров, В.С. Плотников, С.В. Полищук, Т.С. Кириллова

Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Суханова 8, 690950

В изучении структуры аморфных сплавов (АС) большое значение имеют методы электронной и оптической микроскопии. Их применение позволяет производить прямое наблюдение и исследование структуры таких сплавов, связывать характер наблюдаемой структуры с проявлением материалом тех или иных физических свойств. Важное место в изучении структуры АС занимает моделирование, которое позволяет получить идеальные теоретические изображения структур, исследовать природу их контраста, оценить статистические свойства, оценить искажения, возникающие на оптике микроскопа.

В работе [2] рассматривается моделирование длинноволновых неоднородностей в аморфных металлических сплавах «слоевым» методом. В данной работе предлагается процедура трехмерного моделирования неоднородностей такого типа. Преимущество перед слоевым методом заключается в возможности моделирования образцов значительно большего физического масштаба, а так же в возможности получить и исследовать саму пространственную структуру, а не только двумерное изображение.

Разработанный метод основан на Фурье-фильтрации трехмерной реализации белого шума $f(x, y, z)$. Амплитудный спектр реализации при этом замещается некоторой положительной функцией $C(u, v, w) > 0$, которая аппроксимирует спектральную плотность реального микроскопического изображения. Было установлено, что для аппроксимации длинноволновых неоднородностей в АС функция $C(u, v, w)$ должна иметь острый максимум в центре координат, а так же менее выраженный локальный максимум, расположенный близко к глобальному.

Вид функции, использованной для моделирования в данной работе:

$$C(r) = \frac{A}{r^2 + \alpha^2} + \frac{B}{\sqrt{G(r)}}, \quad (1)$$

где $G(r) = r^4 + 2r^2(\beta^2 - \gamma^2) + (\beta^2 + \gamma^2)^2$, $r = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}$, значения параметров $A, B, \alpha, \beta, \gamma > 0$ могут меняться.

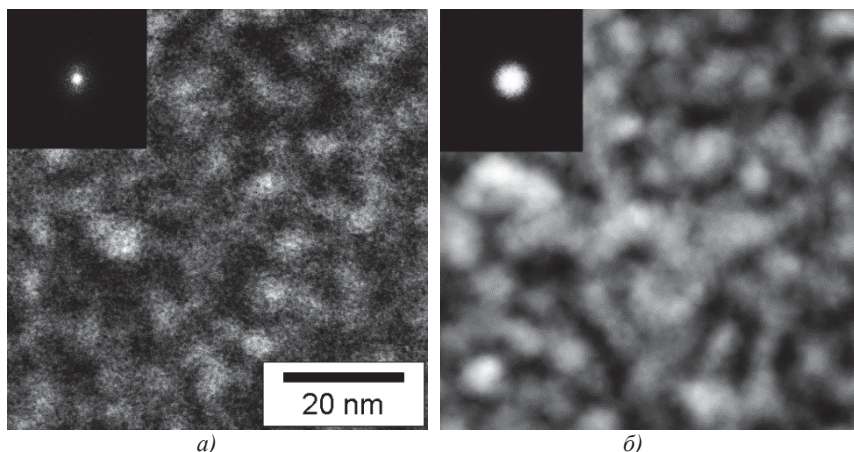


Рис. 1. Экспериментальное изображение аморфной пленки CoNiP (а) и смоделированное изображение (б).

Функция сравнивалась с экспериментальным изображением образца аморфной пленки CoNiP (рис. 1-а) и было установлено, что она хорошо аппроксимирует его структуру на выбранном масштабе. Кроме того, несмотря на высокий уровень шума на экспериментальном изображении, вызванный оптикой микроскопа, изображения имеют похожий вид функции интегральной частотной характеристики (ИЧХ). Изображение на рисунке 1-б получено при следующих значениях параметров функции (1): $A=1$, $B=1$, $\alpha=2$, $\beta=0.1$, $\gamma=5$.

Изменение значений параметров позволяет изменять масштаб и, в некоторой степени, характер получаемых неоднородностей. Таким образом, параметры функции могут служить классификационными признаками при создании базы данных образцов и исследовании их физических свойств.

1. *Б.Н. Грудин, В.С. Плотников.* Обработка и моделирование микроскопических изображений, – Владивосток: Дальнаука, 2010. – 350 с.

2. *В.С. Плотников, Б.Н. Грудин, Е.Г. Кисленок.* Моделирование микроскопических изображений аморфных сплавов. Физика металлов и металловедение, (2004), том 97, №4, с. 1-8.

Анализ сеточных структур на РЭМ-изображениях

С.В. Полищук, К.А. Петров, Т.С. Кириллова, Е.Б. Модин

Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Суханова 8, 69095

В электронной и оптической микроскопии металлических материалов часто встречаются изображения, которые содержат структуры типа «сетка». Примерами таких изображений могут служить линии границ цементита и феррита в структуре зернистого перлита; линии, разделяющие графитную составляющую и металлическую основу в чугунах с пластинчатым или шарообразным графитом, линии границ зерен однофазной полиэдрической структуры. Сеточные структуры наблюдаются и в аморфных металлических сплавах, получаемых как быстрой закалкой из расплава, так и методом химического осаждения.

Для количественного анализа сеточных структур в металлографии используется метод случайных секущих. Метод заключается в нанесении на изображение микроструктур в произвольных направлениях секущих линий определенной длины. Вдоль этих линий определяются размеры сечений элементов ячеек, их средний размер и разделение ячеек по размерам.

Для определения линейных поперечных размеров сечений элементов методом секущих на изображении проводят несколько (три–пять) прямых линий произвольной длины в любом направлении. Длину прямых линий выбирают с таким расчетом, чтобы каждая из них пересекала не менее десяти элементов ячеек. Затем измеряют размер хорды элемента, попавшего на данную прямую линию. Далее определяют статистические характеристики – среднее, дисперсию, моду и т. д. распределения длин хорд, образованных пересечением секущих с линиями границ сеток.

Пусть сеточные структуры образуют изометрическую систему линий. Если разделить все линии такой системы на бесконечно малые отрезки равной длины и сгруппировать все отрезки по их направленности, то в каждой из групп окажется статистически постоянное число отрезков. Оказывается, что при большом числе секущих линий для изометрической сетки среднее число m пересечений секущих с линиями границ сетки на единице длины секущих связано с суммарной протяженностью L линий сетки на единице площади изображения простым соотношением [1]

$$L = 0.5\pi m . \quad (1)$$

Сеточную структуру на плоскости можно рассматривать как проекцию, например, поверхностей раздела отдельных зерен или микрочастиц, существующих в объеме металла или сплава.

Проведем в объеме образца металла большое количество прямых линий (секущих), располагая их беспорядочно и направляя случайно. При этих условиях среднее число пересечений случайных секущих с поверхностями

границ в структуре металла, отнесенное к единице длины секущих m , окажется пропорциональным величине суммарной поверхности границ в единице объема S , т.е. величине удельной поверхности, и только и исключительно от нее зависящим. Связь между этими двумя величинами выражается основной формулой метода случайных секущих для пространства:

$$S = 2m. \quad (2)$$

Следует отметить, что формула (2) остается действительной и универсальной для любых систем поверхностей в пространстве, но совпадение среднего числа пересечений, определенного на изображении в соответствии с равенством (1), с величиной m , входящей в формулу (2), имеет место только для пространственно изометрических систем поверхностей. Для подобных систем $S = 4L/\pi$ [2]. Величина удельной поверхности в металлографии используется как показатель дисперсности строения металла. Знание этой величины позволяет в некоторых случаях оценить твердость материала, его статическую прочность, а также такие физические свойства, как плотность, теплопроводность, электропроводность, магнитную проницаемость, скорость диффузии в материале и другие свойства.

К параметрам сеточной структуры, рассчитываемым в ходе исследований, относятся: средний размер ячейки сетки, вариабельность этого размера в поле изображения, направление и степень выраженности анизотропности формы сетки. Для изометрических сеток рассчитываются определенные выше величины m , L , S .

Экспериментально установлено, что для большинства аморфных металлических сплавов характерно наличие неоднородностей структуры в виде «сетки» [1].

Исследовались «сетки» в аморфных пленках различных составов: *Co-P*, *Co-Ni-P*, *Fe-Si*, *Co-Gd*, *Co-Sm* и др., а также в образцах быстрозакаленных аморфных лент. В зависимости от материала и условий получения размер ячейки «сетки» может лежать в диапазоне от нескольких десятков до нескольких сотен и даже тысяч ангстрем.

В ходе исследования аморфных металлических сплавов состава *Co-P* и *Co-Ni-P*, полученных электрохимическим и химическим осаждением, показано, что внешние воздействия (термообработка, радиационное облучение), а также изменение концентрации металлоида в химическом составе сплавов находят свое отражение в изменении параметров «сеточных» микроструктур, характерных для данной группы сплавов.

1. Б.Н. Грудин, В.С. Плотников. Методы анализа и моделирования микроскопических изображений, – Владивосток: Дальневосточный федеральный университет, 2014. – 415 с.

2. Б.Н. Грудин, В.С. Плотников. Обработка и моделирование микроскопических изображений, – Владивосток: Дальнаука, 2010. – 350 с.

Аналитическое описание диаграмм эмиттанса и распределение плотности тока в пучке

О.Д. Потапкин,

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkin@mirea.ru

Угловое распределение плотности тока в пушке имеет важное значение для электронно-лучевой литографии, для расчёта распределения пространственного заряда в пушке и оценки влияния количества лучей на угловое распределения яркости. Распределение плотности тока также определяет функцию рассеяния [1].

Диаграмма эмиттанса электронной пушки в рабочем режиме (режим фокусировки) была рассчитана с помощью модели “эквивалентный цилиндр” [2]. Диаграмма была рассчитана в плоскости $z=0.92L$, где L – длина цилиндра Венельта, и экстраполирована в плоскость реального кроссовера, $z=L$. Это было сделано потому, что один из рядов, описывающих поле в пушке, плохо сходится в плоскости $z=L$. Затем эта диаграмма была аппроксимирована с помощью семейства гипербол (случай $L=R$, $R=1$ мм - радиус цилиндра Венельта, линейное увеличение $M=0.9$, потенциал на электроде Венельта $U_w=0.8U_c$, U_c – потенциал запираения, радиус эмиссии равен $R_0=0.15R$). Таким образом, траектория с радиальной координатой r будет иметь угол наклона на выходе r' :

$$r = (Dr' + a_1)^3 + a_2, \quad (1)$$

где D – коэффициент дисторсии пушки, отнесённый к плоскости кроссовера [3], $a_1 = \theta$ – угол наклона траектории, стартовавшей с точки на оси, $\sin a_0 = (U_w^0/u)^{1/2} M \sin a_1$, где a_0 – угол старта траектории ($0-\pi/2$), u – энергия старта (0.25 эВ), $U_w^0 = 1.22$ кВ – потенциал в плоскости отверстия электрода Венельта, поэтому $a_1 = 0-0.018$. a_2 – параметр, меняющейся в данном случае от нуля до радиуса кроссовера $r_c = f(u/U_w^0)^{1/2} = 0.02R$, $f = 1.3L$ – фокусное расстояние пушки. Здесь предполагается, что коэффициент сферической аберрации равен нулю. Диаграмма может быть экстраполирована в плоскость z (Рис. 1), находящуюся на расстоянии за плоскостью кроссовера, с помощью преобразования:

$$r = (Dr' + a_1)^3 + a_2 + kr'. \quad (2)$$

Суммарное распределение плотности тока каждого n из $N+1$ лучей, стартовавших с разными углами a_0 , описывается формулой

$$J_n^m = (1/M^2)^m \sum_{n=0}^N [(dJ/d\Omega)/(r' / ((Dr' + na_1/N)^3 + na_2/N + kr'))] \times \\ \times (3D(Dr' + na_1/N)^2 + k)]^m, \quad (3)$$

Случай $n=0$ ($N \neq 0$, слагаемые в знаменателе с множителями n отсутствуют) заслуживает особого внимания. Он характеризует лучи, стартовавшие перпендикулярно катоду, из области эмиссии. $m=2$, т.е. используется квадратичный закон суммирования.

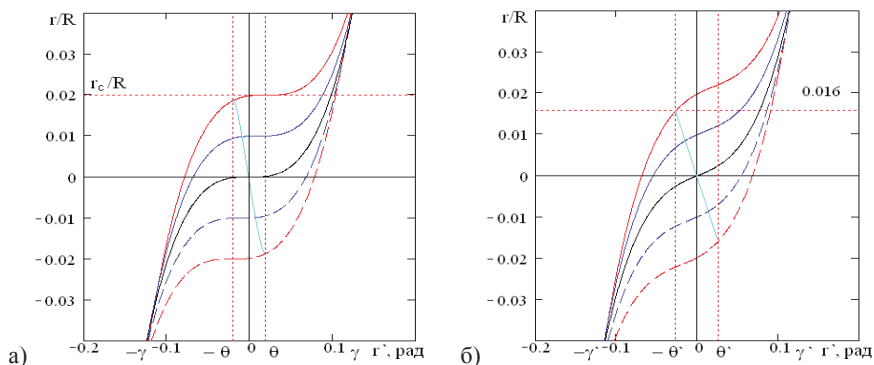


Рис. 1. Диаграмма эмиттанса а) в плоскости кроссовера, б) в плоскости $z=k=0.08L$, в пространстве без поля между электродом Венельта и анодом

Распределение плотности тока монохроматического пучка было посчитано для случая близкого к фокальной плоскости ($k=0.008L$) и для случая более удалённой плоскости ($k=0.08L$). Распределение посчитано для случая вклада двух пучков: $n=0$ ($a_0=0^\circ$), $n=1$ ($a_0=7^\circ$).

Список литературы

1. Баранова Л.А., Явор С.Я. Электростатические электронные линзы.-М.: "Наука". 1986, стр. 68.
2. Potapkin O.D. "Equivalent cylinder" model for electron guns// Physics Proc. – 2008. - V. 1. - p. 77.
3. Lencova B., Lenc B. // Optik, V.105. №3. 1997, p. 121.

Вторичные электроны в низковольтной установке электронно-лучевой литографии

О.Д. Потапкин, А.А.Мельников,

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkin@mirea.ru

Сбор вторичных и отражённых электронов в РЭМ или установках низковольтной электронно-лучевой литографии оказывает огромное влияние на точность измерения линейных размеров в случае РЭМ и на точность совмещения полей в случае многослойной технологии.

При расчёте коэффициента сбора низковольтного РЭМ анализ затрудняется не только зависимостью хода траекторий вторичных электронов от конструкторских параметров детектора [1] и объектива, от размещения детектора [2], а также зависимостью хода траекторий от параметров возбуждения объективной линзы. Детектор может быть размещён над трубкой торможения и линзой [2], а может быть размещён внутри трубки. В последнем случае кольцевой детектор находится под потенциалом трубки.

В данном случае, в отличие от случая, рассмотренного ранее [3], потенциал торможения (до 10 кВ) первичного пучка подаётся на трубку, расположенную внутри полюсного наконечника, трубка изолирована от наконечника фторопластовым кольцом. Таким образом, основное поле фокусировки первичного пучка возникает между подложкой 1 и трубкой 2. Поле между трубкой 2 и 3 (потенциал анода) также следует брать в расчёт.

Для моделирования поля между пластиной и первым цилиндром использовалось аналитическое поле двух цилиндров, разделенных зазором $2W$, т.е. предполагалось, что за пластиной находится цилиндр с потенциалом, равным потенциалу торможения с отрицательным знаком (минус 10 кВ). Для моделирования свойств объективной линзы использовались два аналитических наложенных поля: электростатическое поле между подложкой и цилиндром торможения и магнитное поле линзы с радиальным зазором [4]. Кроме того, для моделирования электростатического поля использовался метод интегральных уравнений.

При фиксированном таким образом рабочем отрезке фокусировка осуществляется выбором иммерсионного отношения (отношения потенциала на входе в объектив к потенциалу трубки торможения) при низких значениях энергии приземления электронов или выбором возбуждения магнитного поля при высоких значениях энергии приземления.

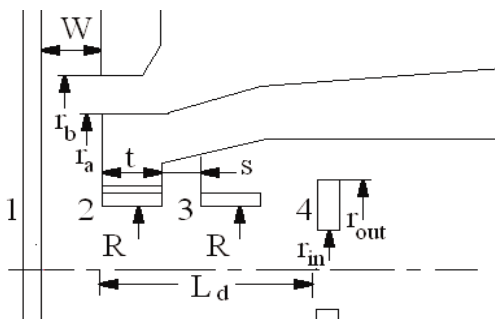


Рис. 1. Конфигурация объектива низковольтной электронно-зондовой установки: 1 – пластина, 2 – магнитная линза с радиальным зазором, 3 – трубка торможения, 4 – кольцевой детектор

На рис. 1 представлена конфигурация объектива с комбинированным полем, использованная в процессе моделирования. Рабочий отрезок W длиной 1-2 мм был фиксирован, t – толщина фланца полюсного наконечника, 4 мм; R – радиус отверстия в трубке торможения, 2.5 мм; s – зазор между трубкой и фланцем, 2 - 6 мм; r_a , r_b – внутренний и внешний радиус отверстия в магнитной линзе, соответственно 10 и 16 мм.

При изменении иммерсионного отношения и числа ампер витков линзы ход вторичных электронов разных энергий сильно меняется.

Расчёт траекторий вторичных электронов осуществлялся методом Рунге Кутты 4 порядка с переменным шагом. В отличие от того случая, когда потенциал первого цилиндра равен нулю (2), а потенциал торможения подаётся на второй цилиндр (3) [3], ход траекторий упрощается, траектории не пересекают ось несколько раз. Однако, случай электронов низких энергий, менее 15 эВ, вызывает трудности расчёта, поэтому использовался метод интегральных уравнений для расчёта поля.

Расчёты показали, что рассматриваемый случай с потенциалом торможения на трубке, расположенной в полюсном наконечнике, требует в примерно 80 раз больше ампервитков, чем тот случай, когда потенциал на этом цилиндре равен нулю, а потенциал торможения подаётся на второй цилиндр (3).

Список литературы

1. G. Knell, E. Plies//Optik.108.№1.1998.p.37-42.
2. А.А., Мельников, О.Д.Потапкин // Изв. РАН. Сер. физ. 2010. Т.74. №7. с.1052.
3. Потапкин О.Д., Мельников А.А.//XXV Российская конференция по электронной микроскопии. 2-6 июня. 2014. Тезисы докладов. Черноголовка. с. 222.
4. T.-T. Tang, J.P. Song// Optik.84.№1.. p. 37-42, 1990.
5. L. Frank, I. Mü llerova//J. Electron Micr. 48, №3. p. 205-219, 1999.

Эквивалентный цилиндр 2

О.Д. Потапкин,

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkin@mirea.ru

Для описания поля термоэмиссионной пушки предложена новая полуаналитическая модель, названная “ эквивалентный цилиндр 2 ”. Физическим основанием для предложенной модели является теорема Грина [1]. Поле во всём пространстве 3 электродной пушки с плоским катодом может быть представлено в виде суммы:

$$U(z, r) = U_w \varphi_1(z, r) + U_a \varphi_2(z, r), \quad (1)$$

где U_w , $\varphi_1(z, r)$ – потенциал и функция влияния электрода Венельта соответственно; U_a , $\varphi_2(z, r)$ – потенциал и функция влияния анода соответственно. Функции влияния $\varphi_1(z, 0)$, $\varphi_2(z, 0)$, по-видимому, в большинстве случаев являются кусочно-непрерывными функциями.

Однако, функция $\varphi_1(z, r)$ может хорошо описывать поле не только в пространстве внутри цилиндра, но и в пространстве между цилиндром и анодом, если является непрерывной. $\varphi_1(z, r)$ может быть аппроксимирована функцией Бертрама-Дюрандо [2,3,4], что было подтверждено расчётами, проведёнными численными методами (методом интегральных уравнений) [4]. $\varphi_1(z, r)$ зависит от длины цилиндра L в отличие от функции Бертрама-Дюрандо

$$\varphi_{2B}(z, 0) = (1/\pi) \int_0^{\infty} \sin(kz) dk / I_0(z), \quad (2)$$

где $I_0(z)$ – модифицированная функция Бесселя нулевого порядка (рис. 1).

В качестве функции влияния $\varphi_1(z, r)$ использовался соответствующий ряд из модели “эквивалентный цилиндр” [5,6], где потенциал катодной линзы пушки представим в виде

$$U(z, r) = U_w \varphi_{11}(z) \varphi_{12}(r) + U_a \varphi_{21}(z) \varphi_{22}(r), \quad (3)$$

что соответствует алгоритму метода Фурье для задачи Штурма-Лиувилля. К сожалению, $\varphi_{21}(z)$, $\varphi_{22}(r)$ только качественно соответствуют функции влияния, посчитанной методом интегральных уравнений, хотя картины $U(z, r)$ практически совпадают в двух моделях.

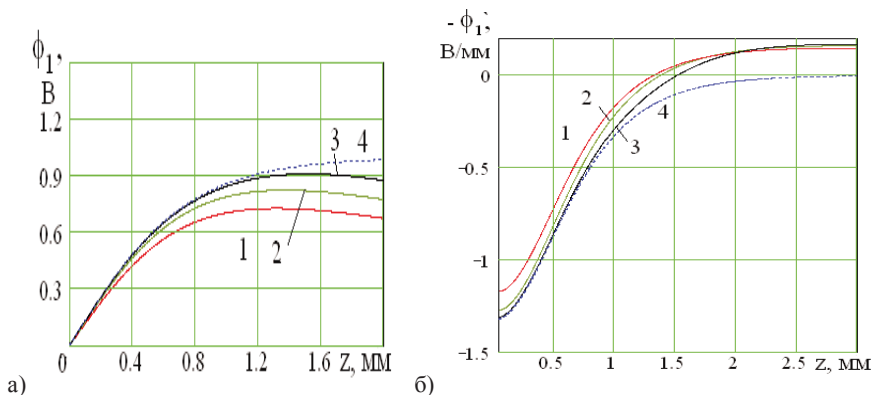


Рис. 1. Функция влияния а) $\phi_1(z)$ и её производная б) $\phi_1'(z)$ для радиуса цилиндра Венельта $R=1$ мм, расстояния между электродами $L_0=6,5$ мм, посчитанные методом интегральных уравнений, L/R для зависимости 1 – 0.5, 2 – 1, 3 – 1.5, 4 – формула Бертрама $\phi_{2B}(z, 0)$

Достоинствами предложенной модели “эквивалентный цилиндр 2” являются более адекватное описание потенциала запирающего, потенциала в отверстии цилиндра, эти достоинства дают возможность сравнить результаты, полученные разными методами, разработать аналитическую методику расчёта параметров пушки.

Параксиальные траектории строятся при помощи метода Рунге-Кутты 4 порядка. Они позволяют найти свойства пушки: размер кроссовера, угол раскрытия пушки в зависимости от напряжения смещения.

Список литературы

1. Глазер В., Основы электронной оптики, М.:Гостехтеориздат, 1957, с.377.
2. *Bertram S. J. Appl. Phys.* v.13. 1942, p.496.
3. *Durand E. Electrostatique*, Masson et Sie, Paris, 1966.
4. Хокс П., Каспер Э., Основы электронной оптики, М. Мир, 1993.
5. *Potapkin O.D. Analytical method for electron gun calculation*, CPO-9: Abstracts. - Brno, Czech Republic, 2014. - P.94.
6. *Potapkin O.D. “Equivalent cylinder” model for electron guns*, Physics Proc. – 2008. - V. 1. - P. 77.
7. *Потапкин О.Д., Модель “эквивалентный цилиндр” для описания поля низковольтной электронной пушки*, Изв. РАН. Сер. Физическая. - 2009. - Т.73. - №4. - С.503.

Модификация метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD)

Е.Б. Якимов

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

В [1] был предложен новый метод обработки результатов измерений методом дифракции обратно рассеянных электронов, заключающийся в построении изображений в выбранных отражениях дифракционной картины. В этом методе при сканировании по образцу запоминается дифракционная картинка в каждой точке, а затем интенсивность сигнала в выбранных отражениях используется для формирования изображений. Т.е., выбор точки на дифракционной картинке эквивалентен вырезанию соответствующего отражения с помощью диафрагмы.

В настоящей работе возможности этого метода были исследованы на пленках GaN, выращенных методом латерального зарастивания, и отпечатках индентора в кристаллах SiC. В первом случае в процессе роста возникает периодическая структура с периодом 12 мкм: слой GaN шириной 4 мкм с высокой плотностью дислокаций, выросший над щелью в маске, и слой, растущий в латеральном направлении между щелями с меньшей плотностью дислокаций. Таким образом, в таких структурах возникает периодическое распределение напряжений. Стандартный метод EBSD показывает, что разориентация областей латерального роста и областей над щелью достигает 1 градуса. Построение изображений в разных отражениях позволяет выявить не только различие между этими областями, но и ряд новых особенностей. Поскольку при такой обработке получается набор сильно различающихся изображений, можно получить изображения с хорошо выявленной границей срастивания, изображения с контрастом между областями латерального роста, растущими в разных направлениях, и т.д. На деформированных индентором кристаллах SiC изображения в разных отражениях также существенно различаются, что определяется распределением и знаком напряжений вокруг отпечатка. Таким образом, показано, что этот метод позволяет оптимизировать условия, в которых наиболее наглядно выявляется распределение напряжений в исследуемых структурах. Кроме того, он позволяет достаточно простыми методами получить богатую информацию для дальнейшего анализа распределения напряжений в исследуемых объектах.

1. N. Brodusch, H. Demers, R. Gauvin. Ultramicroscopy, 148, 123–131.



II.
Растровая электронная,
растровая просвечивающая электронная,
ионная микроскопия,
аналитические и дифракционные
методы

Стимулированное облучением низкоэнергетичным электронным пучком движение дислокаций в плоскости (0001) в латерально-зарощенных пленках GaN

П.С. Вергелес¹, Е.Б. Якимов¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Известно, что инжекция носителей заряда в светодиодных структурах на основе GaAs и SiC приводит к рекомбинационно-стимулированному скольжению и размножению дислокаций, что приводит к быстрой деградации их оптических свойств. Однако, в светодиодах и лазерных диодах на основе GaN, несмотря на высокую плотность дислокаций, размножения дислокаций в процессе их работы не наблюдалось. Вследствие этого, обычно предполагают, что рекомбинационно-стимулированное скольжение дислокаций в структурах на основе GaN не происходит, хотя в просвечивающем микроскопе этот эффект для нескольких дислокаций в базисной плоскости наблюдался. Для решения этой проблемы представляло интерес провести исследования влияния облучения в растровом электронном микроскопе на дислокации в ELOG-пленках GaN. В данной работе представлены результаты таких исследований.

Исследования проводились в растровом электронном микроскопе JSM-840A методом наведенного тока (HT). Облучение проводились при токе пучка от 10^{-10} до 10^{-8} А и ускоряющем напряжении 35 кэВ.

Было установлено, что облучение даже при самых малых токах пучка может вызывать движение отдельных дислокаций. Пример подобного движения приведен на Рис.1. На этом рисунке показана серия изображений одного и того же фрагмента ELOG-пленки GaN в режиме HT. Из этих картинок видно, что форма темного дефекта существенно меняется. Надо отметить, что наблюдаемые изменения происходят за время от нескольких минут при малых токах пучка и за, примерно, минуту при самых больших токах. Такое изменение формы дефекта может объясняться с помощью рекомбинационно-стимулированного движения дислокации в базисной плоскости (0001). Подобные эффекты наблюдались в просвечивающих микроскопах в работах [1,2].

Было установлено, что дислокация двигается при облучении пучком и останавливается. При этом она далее не двигается, независимо от времени дальнейшего облучения. Однако, остановившаяся дислокация может возобновить движение при воздействии электронным пучком с большим то-

ком. Через некоторое время облучения она вновь останавливается. Такое поведение можно объяснить тем, что в GaN содержатся дефекты, которые являются более или менее эффективными стопорами для движения дислокаций. Такими дефектами могут быть, например, проникающие дислокации или различные точечные дефекты. Однако, на данный момент не совсем ясен механизм подобного торможения движения дислокации.

Таким образом, в данной работе впервые показано, что при малых уровнях инжекции носителей заряда в ELOG-пленках GaN возможно движение дислокаций в базисной плоскости. Это означает, что при повышении качества пленок GaN и светодиодов на его основе может возникнуть проблема движения и размножения дислокаций как в гетероструктурах на основе SiC и GaAs..



Рис. 1. Последовательные изображения в режиме НТ фрагмента латерально-зарощенной пленки GaN. Видно, что происходит изменение формы темного дефекта.

1. *S. Tomiya, Shu Goto, M. Takeya and M. Ikeda*, Phys. Stat. Sol. A, (2003), **200**, 1, 139–142
2. *K. Maeda, K. Suzuki, M. Ichihara, S. Nishiguchi, K. Ono, Y. Mera, S. Takeuchi*, Physica B, (1999), 273-274, 134-139

Применение фокусированного ионного пучка для манипуляций с нанопроволоками

Р.Л. Волков¹, Н.И. Боргардт¹, Е.Б. Гордон², В.Л. Гуртовой³

1 Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,

124498, Москва, Зеленоград, пр. 4806, д. 5

2 Институт проблем химической физики РАН,

г. Черноголовка, Московская обл., Россия

*3 Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

В настоящее время в связи с развитием нанотехнологий повышается интерес к получению и исследованию нанопроволок. Один из прогрессивных способов их формирования основан на разработанном в ИПХФ РАН эффекте каталитического действия одномерных квантованных вихрей на коагуляцию любой примеси, введенной в жидкий сверхтекучий гелий [1]. Важной задачей, требующей решения, является изучение электрических свойств получаемых нанопроволок.

В настоящей работе предлагается новый способ формирования электрических цепей для измерения сопротивления индивидуальной нанопроволоки, основанный на применении метода фокусированного ионного пучка (ФИП). Для их приготовления применялся электронно-ионный микроскоп Helios NanoLab 650, оснащенный In-Situ микроманипулятором Kleindick MM3A-ЕМ и инжектором газа для локального осаждения платины.

Исходный образец представлял собой медную сетку, поддерживающую перфорированную углеродную тонкую фольгу с нанесенными на нее платиновыми нанопроволоками с диаметрами около 3 нм. Подключение нанопроволок к измерительным контактам выполнялось в несколько этапов. Сначала на поверхность кремниевого кристалла, покрытого диэлектриком, осаждались близко расположенные друг к другу платиновые проводники шириной и толщиной около 1 мкм, подсоединенные к измерительным контактам. Рядом с областью смыкания платиновых проводников при помощи ФИП формировалось углубление, предназначенное для последующего помещения в него нанопроволоки.

На следующем этапе из оксида кремния, на поверхность которого был осажден слой золота толщиной 100 нм, при помощи ФИП формировалась заготовка, представляющая собой четыре золотых проводника, располагающихся на тонком слое диэлектрика. Общая ширина проводников уменьшалась от одного конца заготовки к другому с 6,5 мкм до 1,5 мкм.

Полученная заготовка с золотыми проводниками при помощи микроманипулятора перемещалась к индивидуальной нанопроволоке, распола-

гающей поперек отверстия в углеродной пленке, подводилась к ней так, чтобы нанопроволока зафиксировалась на всех четырех золотых контактах. Затем заготовка с нанопроволокой перемещалась в углубление в поверхности кремниевого кристалла (рис. 1 а) и накрывалась сверху предварительно подготовленным тонким диэлектрическим защитным экраном (Г на рис. 1 б).

На последнем этапе препарирования при помощи локального осаждения платины под действием ФИП осуществлялось припаивание золотых проводников к области смыкания платиновых проводников, в которой затем формировались углубления (Д на рис. 1 б), изолирующие друг от друга четыре проводника, подсоединенных к нанопроволоке и измерительным контактам.

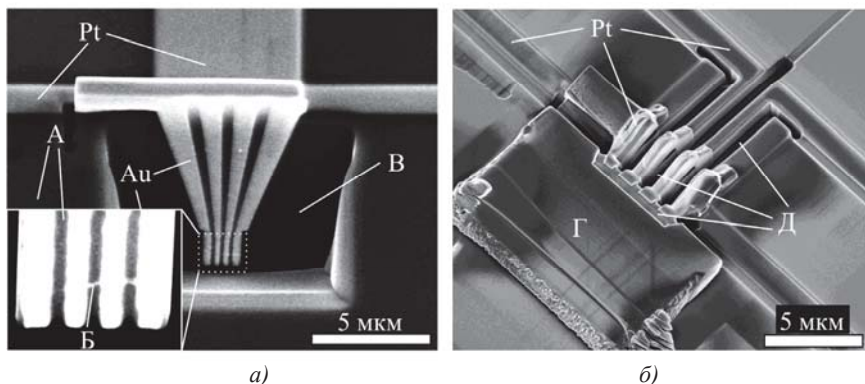


Рис. 1. Изображения во вторичных электронах процесса включения платиновой нанопроволоки в цепь измерения электрического сопротивления четырехзондовым методом: а) этап переноса заготовки с нанопроволокой в углубление, сформированное в кремниевом кристалле; б) финальный этап препарирования. А – диэлектрик, Б – нанопроволока, В – углубление, Г – защитный экран, Д – углубления между проводниками, Pt – платиновые проводники, Au – золотые проводники.

Измерение четырехзондовым методом показало, что электрическое сопротивление платиновой нанопроволоки, подключенной к проводникам описанным выше способом, составляет 0,8 кОм. Оно оказалось в три раз меньше расчетного, по-видимому, из-за того, что объект исследования представлял собой жгут из трех нанопроволок.

1. Gordon E.B., Karabulin A.V., Morozov A.A. et al. // J. Phys. Chem. Lett. 2014. V. 5. № 7. P. 1072-1076.

Современные методы растровой ионной микроскопии для создания оптических метаматериалов и плазмонных наноструктур

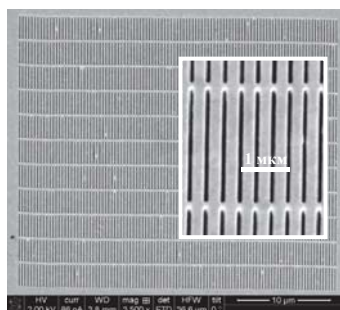
М.В. Горкунов¹, В.В. Артемов¹, О.Ю. Рогов¹, С.П. Палто¹, А.А. Ежов^{1,2}

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
119333, г. Москва, Ленинский проспект 59, Россия

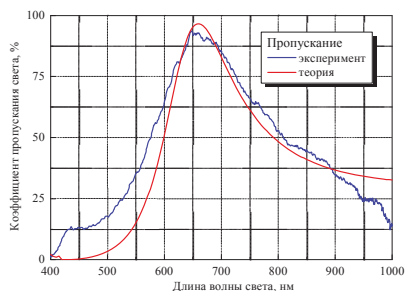
² Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
119991, г. Москва, Россия

Оптика наноструктурированных металлических пленок, кластеров и массивов металлических наночастиц является одним из самых динамичных направлений современной фотоники. Необычные оптические свойства таких материалов обеспечивают аномальное пропускание света [1,2] сенсорную чувствительность к нанообъектам [3] и единичными молекулам [4], гигантское усиление нелинейно-оптических процессов [5] и экстремальную оптическую хиральность [6].

Оптические свойства металлических наноструктур определяются, в основном, формой структурных элементов, их размером и способом упаковки, что позволяет получать разные по функциональности материалы по схожей технологии из заготовок одного типа. На технологию изготовления накладываются серьезные требования: для исключения дифракции период структур не должен превышать длину волны света, идентичность формы элементов должна поддерживаться на уровне 10 нм, а оптическая характеристика эффективна при общих размерах структур от 20-30 мкм.



а)



б)

Рис. 1. Щелевая структура с периодом 330 нм в серебряной пленке толщиной 270 нм: а) изображение РЭМ, на вставке – фрагмент с большим увеличением; б) сравнение наблюдаемого и теоретически рассчитанного пика аномального пропускания света ТМ поляризации.

Ионная литография – кинетическое травление сфокусированным лучом ионов галлия на установках DualBeam (FIB/SEM) – дает возможность получать структуры с необходимыми параметрами. Программное обеспечение установок позволяет использовать сложные цифровые шаблоны, а электронная система SEM – контролировать процесс травления.

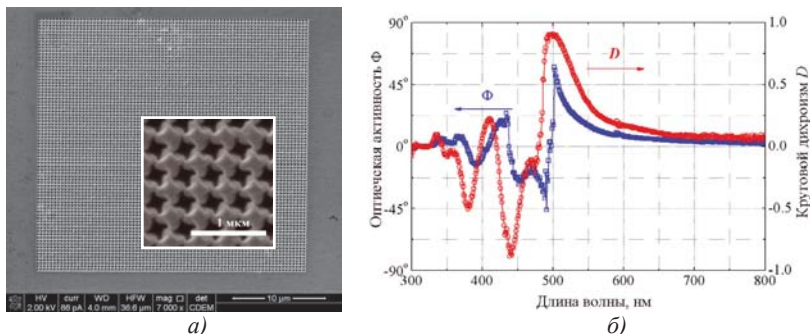


Рис. 2. Квадратная решетка винтовых отверстий с периодом 375 нм в серебряной пленке толщиной 380 нм: а) изображение РЭМ, на вставке – фрагмент с большим увеличением; б) наблюдаемые спектры экстремального кругового дихроизма и оптической активности.

Изготовленные щелевые структуры (Рис. 1а) продемонстрировали ярко выраженное аномальное пропускание света, на пике которого до 90% падающего излучения проходит через наноразмерные щели (Рис. 1б). За счет модуляции времени облучения лучом ионов технология позволила создать элементы сложной трехмерной формы с выраженной структурной хиральностью (Рис. 2а), приводящей к экстремальным значениям оптической хиральности в видимом диапазоне (Рис. 2б).

Наноструктуры изготовлены на установке Helios Nanolab 650. Авторы благодарны НИЦ КИ и, в частности, А.Л. Васильеву за помощь в организации экспериментов и предоставленное оборудование. Результаты получены в ходе выполнения проектов РФФИ (проект №13-02-12151 офи_м) и РНФ (проект №14-12-00416).

1. *T.W. Ebbesen, et al.* Nature, 1998, 391, 667-669.
2. *T. Xu, Y-K. Wu, X. Luo, L. J. Guo.* Nature Commun. 2010, 1, 59.
3. *M.V. Gorkunov, V.V. Artemov, S.G. Yudin and S.P. Palto,* Photon. Nanostruct.: Fundam. Appl. 2014, 12, 122-129.
4. *N. Liu, et al.* Nature Mater. 2011, 10, 631-636.
5. *D.J. Bergman, M.I. Stokman.* Phys. Rev. Lett. 2003, 90, 027402.
6. *M.V. Gorkunov, A.A. Ezhov, V.V. Artemov, O.Y. Rogov, and S.G. Yudin.* Appl. Phys. Lett. 2014, 104, 221102.

Микропластическая деформация кремния вблизи перехода пластичность-хрупкость.

РЭМ и АСМ анализ структуры и электрических свойств дефектов

В.Г. Еременко, П.С. Вергелес

*¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Переход пластичность-хрупкость (так называемый brittle-ductile (BDT) переход) является уникальным свойством кристаллической решетки кремния. Суть его в том, что макроскопическая пластическая деформация кремния возможна при температурах выше $\sim 450^{\circ}\text{C}$. При температурах $\sim 400^{\circ}\text{C}$ и ниже материал практически мгновенно разрушается без заметных признаков деформации. Именно это свойство определило выбор кремния как базового материала микроэлектроники и сделало его, фактически, модельным материалом для изучения механизмов пластичности в широком интервале температур. Несмотря на многолетние исследования природы BDT фундаментальные атомные механизмы его остаются неясными. Безусловно, внимание в этих исследованиях уделяется дислокации, как основному протяженному дефекту, ответственному за пластическую деформацию [1,2,3]. Современная микроэлектроника, микро- и наномеханика, а также нанобиология на основе кремния стимулировали развитие исследований пластичности и разрушения наноматериалов- наночастиц и наностержней кремния на атомном уровне. Изучение процессов зарождения дислокаций (“incipient plasticity”) в таких структурах представляют наибольший интерес [4,5] для понимания механизмов формирования пластических свойств материалов на атомном уровне и возможности контроля изменения физических свойств реальных наноструктур. Экспериментальные исследования весьма сложны. Это особенно относится к “in situ”наблюдениям процесса деформации [6]. В этой связи лидирующую роль играют методы атомного моделирования [7]. Важно отметить, что интерпретация результатов и моделирование требуют максимального полного знания о всех типах дефектов, взаимодействующих с дислокацией и учета уже известных свойств дислокации. Здесь интерес представляет рассмотрение необычного типа протяженных дефектов в кремнии, образование которых является комплементарным процессу движения дислокации [8]. В данной работе сделана попытка проанализировать особенности возникновения данных дефектов в кремнии в интервале температур деформации от 700°C до температуры BDT перехода 450°C . Использовалась дефор-

мация микроиндентированием. Дефекты выявлялись по их электрической активности (EBIC) и морфологии поверхности после селективного травления (DIC-оптическая микроскопия).

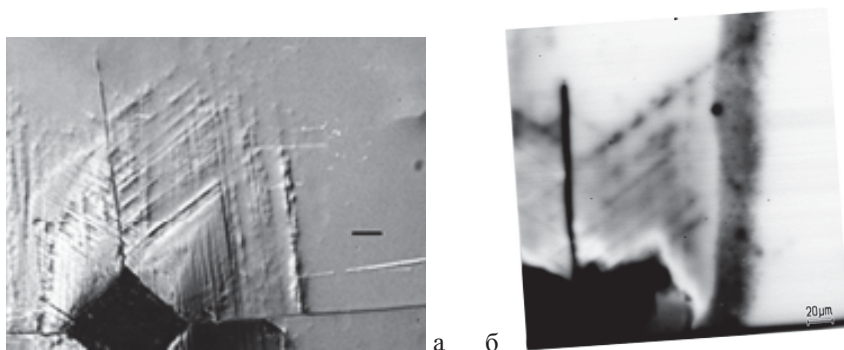


Рис.1. а-дефекты вблизи отпечатка (550°C)-селективное травление, б-EBIC.

Показано, что протяженные дефекты генерируются во всем интервале температур в условиях действия высоких напряжений $\sim 100 \text{ кГ/мм}^2$ и скорости дислокаций $\sim 5 \times 10^{-1} \text{ см/сек}$. Очевидно, что только существующие в области пластичности движущиеся расщепленные дислокации являются источником протяженных дефектов. При этом, плотность дефектов значительно возрастает вблизи BDT перехода. Обсуждается вопрос о возможной роли генерируемых протяженных дефектов при shuffle-glide перестройке ядра дислокации как одного из элементов механизма BDT перехода в алмазной решетке.

1. C. S. StJohn, *Phil Mag.* 32(6), 1193-1212, (1975).
2. A. George and G. Michot, *Mat.Sci. & Eng. A, Structural materials: properties, microstructure and processing*, 164, 118-134. (1993).
3. C. Thaulow, D. Sen, S. V. Schieffer, M. J. Buehler, *Proc. of 18th European Conf. on Fracture: Fracture of Materials and Structures from Micro to Macro Scale*, A.01.1-5(2010).
4. J. Li, K. J. Van Vliet, T. Zhu, S. Yip and S. Suresh, *Nature* 418, 307-310 (2002).
5. C.A. Schuh, J.K. Mason and A.C. Lund, *Nature Mater.* 4, 617-621 (2005).
6. A.M. Minor, E.T. Lilleodden, M. Jin, E.A. Stach, D.C. Chrzan and J.W. Morris, JR., *Phil. Mag.*, Vol. 85, Nos. 2-3, 323-330(2005).
7. J. Godet, L. Pizzagalli, S. Brochard and P. Beauchamp, *Phys. Rev.B* 70, 054109 (2004).
8. V. Eremenko, J.L. Demenet and J. Rabier., *Phys. Stat. Sol. (c)* 6, 1801 (2009).

Визуализация подповерхностных наноструктур в РЭМ и определение их положения в глубине образца

Г.С.Жданов, М.С.Ложкин

Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

Возможность различения в РЭМ глубинных слоев неоднородного образца существенно увеличивает объем информации, извлекаемой при анализе изображения [1,2].

В [3] предложен оригинальный метод глубинного зондирования образцов в РЭМ. Используется зависимость пространственного распределения обратнорассеянных электронов (ОРЭ) от состава и толщины пересекаемых ими слоев. Мерой протяженности пучка ОРЭ в образце является диаметр углеродного кольца, образующегося на поверхности, подвергаемой воздействию стационарного сфокусированного луча. В формировании кольца участвуют молекулы остаточных углеводородов, диффундирующие по поверхности к точке падения луча. Положение границ кольца определяется локальной плотностью тока ОРЭ. В [4] указанный метод использован для измерения толщины слоев углерода, разделяющих массивную платину и островковую пленку золота.

В представленном докладе возможности метода [3] продемонстрированы на примере систем Pt/C/Au, Pt/Al, Pt/C/Al, Pt/Al/C/Au, Al/Cu/Al. Основное внимание уделено обсуждению пространственного разрешения, а также воспроизводимости и точности измерений.

На рис.1 представлено изображение поверхности поликристаллической платины, подвергнутой высокотемпературному отжигу. Характерной особенностью рельефа является наличие системы террас, расположенных под различными углами к пучку электронов. Наименьшая ширина террас составляет 15-20 нм. Террасы шириной около 100 нм различимы и под слоем алюминия толщиной 210 нм, но более мелкие детали заметны лишь на поверхности образца. Стирание высокодисперсной структуры границы раздела является следствием расширения пучка 20кэВ электронов при прохождении через слой алюминия. Толщина покрытия, измеренная на поперечном сечении образца, может быть независимо определена по разности диаметров углеродных колец на поверхности платины и алюминия (рис.2 а, б). Зависимость диаметра кольца от толщины слоя близка к линейной в диапазоне толщин, достигающем нескольких сотен нанометров. При типичной погрешности измерения диаметров колец 2-3%, погрешность оценки толщины слоя алюминия в указанном диапазоне не превышает 10-15нм. Срав-

нимая точность достигается и при измерении толщины слоя алюминия в “сэндвиче” Pt/Al/C/Au. Результаты прямых измерений, проведенных на различных структурах, хорошо согласуются с оценками, полученными при моделировании рассеяния электронов методом Монте Карло.

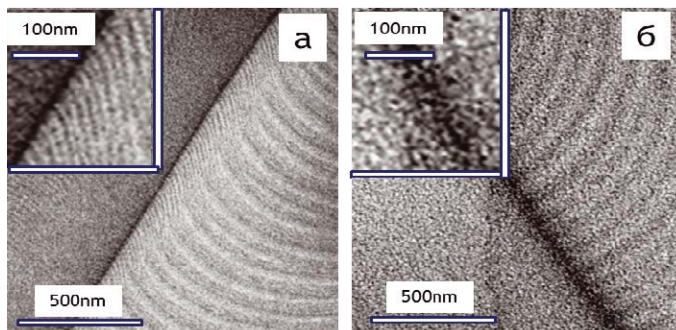


Рис. 1. Изображения системы террас непосредственно на поверхности отожженной платины (а) и под слоем алюминия толщиной 210нм (б). На вкладках приведены увеличенные изображения участков поверхности вблизи границы раздела двух зерен с различной ориентацией. U=20кВ.

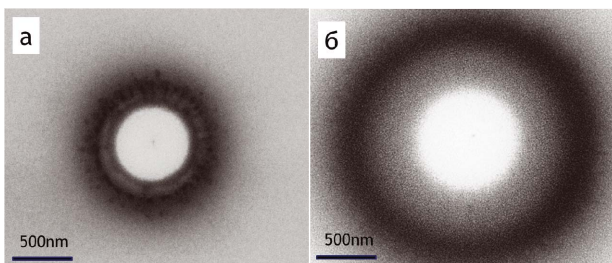


Рис.2. Углеродные кольца, выращенные в режиме “Spot” на образцах, изображенных на рис.1 а,б. При уменьшении толщины слоя алюминия кольцо сжимается, приближаясь к размеру, характерному для платины.

1. *N.Niedrig, E.I.Rau.* Nucl. Instr. Methods Phys. Res. B, 1998, 142, 523-534.
2. *L.M.Gignac, M.Kawasaki, S.H.Boettcher, O.C.Wells.* J.Appl.Phys., 2005, 97, 114506
3. *Г.С.Жданов* Способ томографического анализа образца в растровом электронном микроскопе Патент РФ № 2453946, 20.06.2012
4. *Г.С.Жданов, М.С.Ложкин.* Тезисы докладов 25-ой ВКЭМ, Т.1. 236-237,2014

Метод наведенного тока в исследованиях полупроводниковых приборов большой мощности

В.А.Злобин

Всероссийский электротехнический институт им. В.И.Ленина, 111250, г. Москва

Метод наведенного электронным пучком тока широко используется для исследования различных полупроводниковых приборов и материалов. С его помощью определяют положение p - n переходов, места их пробоя, измеряют локальные диффузионные длины, времена жизни, скорость поверхностной рекомбинации и другие параметры. В настоящей работе рассматриваются возможности и особенности применения метода наведенного тока при исследовании полупроводниковых приборов большой мощности 100 кВт – 10 МВт. Конструктивными особенностями таких приборов являются большая площадь и толщина полупроводниковой пластины, большие времена жизни и диффузионные длины носителей заряда, большая ширина области пространственного заряда p - n переходов и ряд других. Многие приборы состоят из огромного числа параллельно соединенных ячеек и имеют глубокий рельеф поверхности.

Мощность электронного зонда сканирующего микроскопа позволяет генерировать наведенный ток с локальной плотностью соизмеримой с рабочей плотностью тока прибора. Это дает возможность исследовать токовые характеристики отдельных элементов интегральных полупроводниковых приборов большой мощности, таких как токи включения приборов с S-характеристиками [1] или коэффициенты усиления транзисторных ячеек.

Для полупроводниковых структур биполярных приборов мощной электроники одними из основных параметров являются глубины залегания p - n переходов. Использование предложенного нами подхода [2] позволило достигнуть точности определения глубины залегания p - n переходов в высоковольтных (до 8 кВ) кремниевых структурах лучше 2 мкм. Данная методика применялась для определения глубин залегания p - n переходов в высоковольтных кремниевых p - n - p и p - n - p - n структурах.

Большая глубина резкости сканирующего электронного микроскопа позволяет в ряде случаев визуализировать p - n переходы на стенках глубоких канавок, что трудно осуществить с помощью других методов.

Одной из проблем при определении положения p - n переходов в структурах силовых приборов является наличие в них шунтов. Это шунтирование края пластины после первой диффузии при создании p - n - p структуры, шунты n -эмиттера в тиристорной структуре, p - n переходы в комбинированных приборах типа тиристор-диод и в ряде других случаев.

Такое шунтирование оказывает влияние на точность определения глубины залегания p - n перехода. При исследовании высоковольтных кремниевых p - n - p структур мы столкнулись с эффектом сдвига максимума сигнала наведенного тока относительно границы p - n перехода в p -слой [3]. Величина сдвига достигала 15-20 мкм при глубине залегания перехода 75-80 мкм. Измерения наведенного тока проводились на сколе полупроводниковой структуры при ускоряющем напряжении 10-15 кВ и нулевом напряжении смещения на образце.

Этот сдвиг максимума связан с перераспределением токов протекающих через измерительную цепь и шунтирующий слой при изменении положения зонда. В нашем случае часть наведенного тока ответвляется в шунтирующую цепь, а сопротивление диффузионного p -слоя экспоненциально снижается по мере смещения зонда от перехода к краю пластины. Так как размер области генерации носителей существенно меньше ширины p -слоя и меньше характерной длины изменения концентрации легирующей примеси в слое, то сопротивление слоя R_1 можно оценить по формуле $R_1 = \rho/2r$, где ρ – удельное сопротивление слоя в точке падения электронного пучка, r – радиус зоны генерации носителей. В случае малой скорости поверхностной рекомбинации упрощенно зависимость наведенного тока от расстояния зонда до p - n перехода можно представить в виде

$$i = i_0 \exp(-x/L) [1 + k \exp(-x/l)]^{-1} \quad (1)$$

В результате несложного анализа формулы (1) получим выражение для смещения максимума сигнала наведенного тока Δx в виде:

$$\Delta x = l \ln [k(L/l - 1)] \quad (2)$$

При подстановке в формулу (2) типичных для высоковольтной p - n - p структуры значений диффузионной длины $L = 50$ мкм и постоянной спада концентрации легирующей примеси $l = 10$ мкм получим $\Delta x = 15$ мкм при $k = R_1(0)/R_2$ порядка 1, где R_2 – сопротивление шунта, что достаточно хорошо согласуется со значениями сдвига, наблюдавшимися на практике.

Диффузионная длина носителей заряда в базовых областях мощных приборов может достигать 100 мкм и более. Поэтому при измерении таких экстремальных диффузионных длин необходимо принимать меры по снижению скорости поверхностной рекомбинации и ее стабилизации, чтобы ослабить влияние поверхностной рекомбинации на точность измерений [4].

1. В.А.Злобин, У.В.Костышева. Известия АН СССР, сер. физическая, **54**, 1990, №2, с. 297-299.
2. В.А.Злобин. РЭМ-2009, тез. докл., с. 176.
3. В.А.Злобин. РЭМ-2013, тез. докл., с. 110-111.
4. В.А.Злобин, З.И.Кафенгауз. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2001, №8, с. 84-88.

Исследование формирования сигнала, образованного истинно вторичными электронами, при низковольтном режиме работы РЭМ

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Цель работы состоит в построении математической модели сигнала РЭМ, образованного истинно вторичными электронами (ИВЭ), т.е. электронами, которые эмитируются из образца под действием первичных и неупруго рассеянных электронов.

Экспериментальные изображения были получены на приборе Auriga, Carl Zeiss с Gemini колонной в диапазоне ускоряющих напряжений 0,3 – 3 кВ (при условии сбора всех типов вторично-эмиссионных электронов). Сканирование электронным пучком проводилось поперек элементов сертифицированных структур МШПС 2.0, представляющих собой наклонные кремниевые ступени и трапециевидные выступы с периодом 2 мкм, высотой около 500 нм и шириной верхней грани 13–40 нм.

Вклад истинно вторичных электронов в детектируемый сигнал был представлен в виде $kS_{\text{ИВЭ}}$, где множитель $S_{\text{ИВЭ}}$ можно рассматривать как количество первичных и неупруго отраженных электронов, участвующих в формировании сигнала ИВЭ, а коэффициент k – как среднее число ИВЭ, порождаемых каждым из этих электронов. В нашей модели k равняется отношению коэффициентов эмиссии истинно вторичных и обратно рассеянных электронов (ОРЭ) δ/η . Эмиссионный сигнал $S_{\text{ИВЭ}}$ определяется сверткой распределения плотности тока падающего на образец электронного пучка и функции отклика $G_{\text{ИВЭ}}$, которая в свою очередь является сверткой двух функций. Первая из них для функции рельефа образца $y=f(x)$ описывается формулой [1]

$$G(x) = \frac{1}{\pi\sigma^2} \left\{ \int_{-\infty}^{+\infty} \exp\left(-\frac{(x-t)^2}{\sigma_{\text{ИВЭ}}^2}\right) \int_{f(t)}^{+\infty} \exp\left(-\frac{(z+L-f(x))^2}{\sigma_{\text{ИВЭ}}^2}\right) dz dt \right\}$$

и в произвольной точке линии сканирования с координатой x определяет количество электронов бесконечно тонкого первичного пучка с единичным током, участвующих в образовании ИВЭ. Величина $\sigma_{\text{ИВЭ}}$ характеризует размер области выхода ИВЭ с поверхности образца при попадании на нее одного из типов образующих ИВЭ электронов. При этом $\text{erfc}(L/\sigma_{\text{ИВЭ}})=2\eta$. Значения $\sigma_{\text{ИВЭ}}$ для различных энергий первичного пучка были найдены путем сравнения с экспериментом и моделированием методом Монте-

Карло [2] (рис. 1). Мы предполагаем, что каждый из образующих ИВЭ электронов, прилетевших изнутри образца к точке с координатой t его поверхности образует δ/η ИВЭ с нормальной плотностью распределения $j(t)$ ширины $\sigma_{\text{ИВЭ}}$. Функция отклика $G_{\text{ИВЭ}}$ равняется свертке $G(x)$ с распределением $j(t)$. На рис. 2 приведены результаты моделирования для энергии падающего пучка 0.3 кэВ.

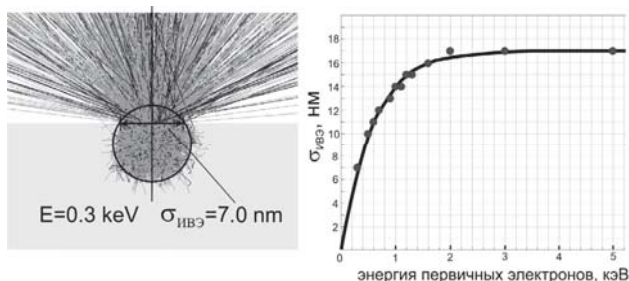


Рис. 1. Результат моделирования образования ИВЭ методом Монте-Карло для $E=0.3$ кэВ и зависимость $\sigma_{\text{ИВЭ}}$ от энергии E первичного пучка

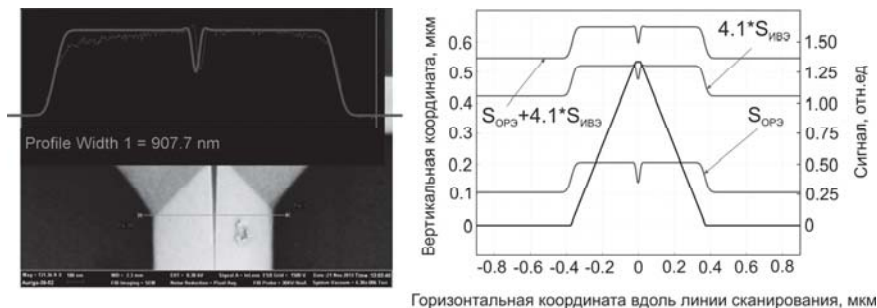


Рис. 2. Экспериментальный полный эмиссионный сигнал с наложенным модельным сигналом (слева) и расчетные сигналы (справа) от трапециoidalного выступа, полученные для энергии пучка 0,3 кэВ

1. Казьмирук В.В., Савицкая Т.Н. Погрешности измерений линейных размеров структур при регистрации обратно рассеянных электронов в РЭМ // Изв. РАН. Сер. Физ. 2010. Т. 74, № 7. С. 1029–1031.
2. J.R. Lowney, E. Marx: Semiconductor Measurement Technology: User's Manual for the Program MONSEL-I: Monte Carlo Simulation of SEM Signals for Linewidth Metrology. Nist Special Publication 400-495, USGPO, Washington, D.C. (1994)

Исследования динамики формирования пленок EuO на (001) Si методом ПРЭМ

К.Г. Каратеева, Д.В. Аверьянов, И.А. Каратеев, Ю.Г. Садофьев,
А.М. Токмачев, В.Г. Сторчак, А.Л. Васильев

*Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
Москва, Россия"*

Ферромагнитный полупроводник EuO – один из наиболее перспективных материалов для создания устройств спинтроники и совмещения с кремниевыми технологиями микроэлектроники: спиновая поляризация EuO при соответствующей концентрации носителей может достигать почти 100% [1,2], это единственный магнитный оксид, термодинамически устойчивый в контакте с Si. Однако, EuO и Si, имеют большое несоответствие параметров кристаллических решеток - 5,6%, Eu и O сами по себе реагируют с Si, а EuO легко окисляется с образованием высших оксидов. Поэтому, решение задачи формирования высококачественных пленок EuO/Si требует предельно аккуратных технологических решений, а исследование методами электронной микроскопии – особых подходов. Использование просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) высокого разрешения с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы, позволяет визуализировать отдельные атомы Eu с большим Z и на атомном уровне отследить динамику формирования эпитаксиальных пленок EuO на подложках Si.

В настоящей работе плёнки EuO на Si формировались методом молекулярно-лучевой эпитаксии в установке Riber Compact 12. Образцы для исследования методами электронной микроскопией (ЭМ) и микроанализа (в основном спектроскопии потерь энергии электронов) были приготовлены методом фокусированного ионного пучка (ФИП) в растровом двухлучевом электронно-ионном микроскопе (РЭИМ) Helios NanoLab 600 (FEI, США). Для предотвращения окисления пленок EuO, на поверхности образцов после приготовления поперечных сечений непосредственно в РЭИМ напылялся аморфный углерод. Исследования пленок проводились в просвечивающем растровом ЭМ (ПРЭМ) TITAN 80-300 TEM/STEM, оснащенный корректором сферической аберрации пробы, высокоугловым кольцевым темнопольным детектором (Fischione, США) и спектрометром потерь энергии электронов.

Использование режима ПРЭМ с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы, позволило проследить за процессом формирования пленок, начиная от первоначальных моментов, когда на поверхности Si образуется от одного до нескольких монослоев Eu до конечного этапа,

когда толщины пленок составляют десятки нм. На **Рис. 1** представлено темнопольное ПРЭМ изображения слоя, состоящего из отдельных атомов Eu на поверхности подложки Si. Примененная методика дает возможность выявить упорядочение атомов Eu на поверхности 2×1 и 5×1 . Исследования структуры границы раздела EuO/Si на более поздних стадиях формирования выявило несколько особенностей: а) формирование преципитатов EuSi_2 со структурой I_{41} , б) образование аморфной прослойки. Данные ПРЭМ подтверждаются результатами исследований методом спектроскопии потерь энергии электронов: валентность Eu в пленке и в области преципитатов - 2^+ .

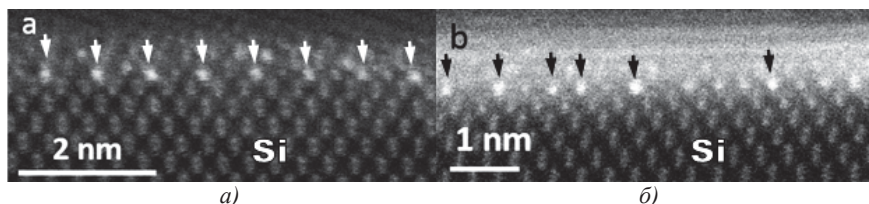


Рис. 1. Тёмнопольные ПРЭМ изображения слоя Eu на кремниевой подложке. Белые точки, отмеченные стрелками, соответствуют атомам Eu, образуя на поверхности силицида реконструкцию 2×1 (а) и 5×1 (б).

Работа выполнена при поддержке НИЦ «Курчатовский институт», Российского фонда фундаментальных исследований (грант 13-07-00095) и Российского научного фонда (грант 14-19-00062)

1. J. A. Mundy, D. Hodash, D. G. Schlom and et al., Appl. Phys. Lett, 104, 2014, 091601 1-5.
2. P. G. Steeneken, L. H. Tjeng, D.J. Huang and et al., Phys. Rev. Lett., 88, 2002, 047201 1-4.

Некоторые аспекты зарядки сегнетоэлектрика LiNbO_3 , обнаруженные при записи доменов электронным лучом в РЭМ

Л.С.Коханчик¹, Р.В.Гайнутдинов², Т.Р. Волк²

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл

2 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г.Москва

Для успешного использования прямой электронно-лучевой литографии с целью создания микродоменных структур в сегнетоэлектрических материалах требуется понимание зарядовых процессов протекающих при облучениях электронами. В данной работе запись доменных структур электронным лучом осуществлялась в ниобате лития (LiNbO_3), перспективном нелинейно-оптическом материале. Зарядка электронным лучом исследовалась благодаря сегнетоэлектрической природе кристалла LiNbO_3 . Облучались неполярные срезы (Y и X), в которых домены растут в поверхностном слое вдоль полярного Z направления по схеме представленной на рис. 1.

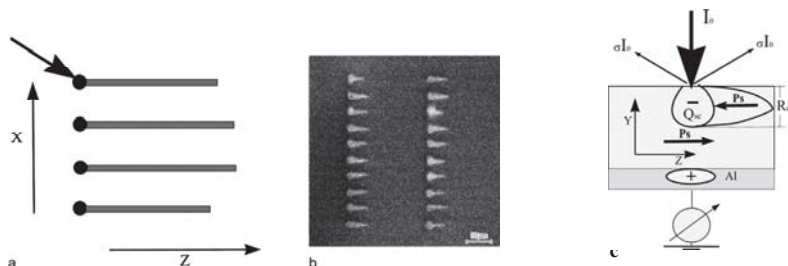


Рис. 1. Схема облучений Y-поверхности (a) и потенциальное изображение сформировавшихся в результате облучений доменов (b); (c) схема внедрения электронного заряда и формирования домена на поперечном срезе облучаемого кристалла.

Под действием поля пространственного электронного заряда (Q_{sc}) при условии $E_{sc} > E_c$ (коэрцитивное поле LiNbO_3) происходит переключение спонтанной поляризации P_s и дальнейший рост доменов в поверхностном слое образца. Расположение доменов непосредственно вблизи поверхности позволило исследовать глубину, а также фронтальное и латеральное разрастание переключенных участков. Детальный анализ закономерностей роста доменов выявил особенности формирования пространственного заряда в зоне облучения при разных энергиях электронов и разной длительности производимых локальных облучений.

Полированная поверхность неполярного Y-среза облучалась электронным лучом в микроскопе JSM-840A при разных ускоряющих напряжениях ($U=5, 10, 15$ и 25 кВ; $I_0=0,1$ нА), с разной длительностью ($t_{\text{ит}}$) стояния электронного луча в зоне облучения ($S_{\text{ит}}=0,5$ мкм²). В условиях эксперимента путем измерения тока облучения I_0 и тока смещения I_Q осуществлялась оценка коэффициента эмиссии электронов из облучаемого образца ($\sigma \sim 1 - I_Q/I_0$). По полученным данным для исследуемого образца LiNbO_3 в диапазоне $5-25$ кВ построена зависимость $\sigma(U)$.

Размеры доменов длина L_d и ширина W_d определялись непосредственно на полированной поверхности методом микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО) в атомно-силовом микроскопе NTEGRA PRIMA (НТ-МДТ, Москва). При исследовании экспозиционных характеристик длин (L_d) растущих доменов была установлена прямая связь поля пространственного заряда E_{sc} переключающего домены от поверхностной эмиссии электронов σ . Так, значительное снижение L_d при $U = 5$ кВ связано с уменьшением поля заряда, формирующегося в облученной области, из-за существенного возрастания эмиссии электронов при этом ускоряющем напряжении. Этот результат согласуется с общей концепцией электронно-лучевой зарядки диэлектриков. Измерения позволили объяснить различие в требуемых временах облучения и различия в величинах $Q = I_0 \times t_{\text{ит}}$, соответствующих появлению первых устойчивых доменов для разных U . На основании измерений $L_d(t_{\text{ит}})$ и $\sigma(U)$ сделан вывод о том, что в используемом интервале времен облучения ($t_{\text{ит}} \geq 50$ мс) домены в длину растут по линейному закону примерно с одинаковой скоростью не зависимо от U . Это говорит о быстром (несколько десятков мс) достижении квазиравновесного зарядового состояния наших образцов практически при всех используемых ускоряющих напряжениях и стабилизации Q_{sc} за счет перехода к состоянию $\sigma \sim 1$. Для определения глубины переключенных при разных U доменов использовалось селективное травление с измерениями контактным АСМ методом. Была установлена связь толщины T_d доменов (вдоль оси Y) с глубиной пробега R_e первичных электронов, в свою очередь зависящей от U . С учетом имеющихся в литературе расчетных зависимостей $R_e(U)$ для LiNbO_3 , это обеспечивает возможность контролируемого плавного изменения T_d в интервале $\sim 0.2 - 4$ мкм при изменении U в интервале $5 - 25$ кВ [1,2]. Измеряемые величины T_d мало зависели от времени облучения. Однако ширина доменов W_d при этом увеличивалась значительно.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ, проект № 13-02-12440-офи_м,

1. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, E. D. Mishina, S. D. Lavrov, T. R. Volk, Appl. Phys. Lett., 2014, **105**, 142901
2. Л.С.Коханчик, Р.В.Гайнутдинов, Т.Р.Волк, ФТТ, 2015, **57**, 937-944

РЭМ анализ композиционных тонких пленок на основе анизотропных нанопорошков металлов

В.И. Кулинич², В.В. Коломиец², В.В. Найден², Е.И. Бубликов¹,
Е. Г. Мунтяну²

1. Донской государственный технический университет г. Ростов-на-Дону, Россия

*2. Южнороссийский государственный политехнический университет (НПИ)
им. М.И. Платова, г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия*

Тонкие композиционные пленки заданного состава и назначения используются в качестве покрытий различной геометрии. В настоящей работе исследовались пленочные покрытия, применяемые для поглощения электромагнитного излучения в широком спектральном диапазоне.

Композиция представляла собой полимерную матрицу, содержащую анизотропные порошки металлов и сплавов. Частицы порошка имеют нитевидную форму с поперечными размерами 10-50 нм, т.е. представляют собой нанопроволоки. Они получены методом электрокристаллизации в многокомпонентной электрохимической системе: катод – органический слой – электролит – анод (двухслойная ванна). Изменением параметров электролиза можно эффективно регулировать форму и размеры порошковых частиц. Однако, из-за различия скоростей роста в осевом и поперечном направлениях длина отдельных нанопроволок значительно превосходит их поперечные размеры, достигая 50-80 мкм и более.

Ориентирование таких частиц даже в жидкой полимерной среде связано с значительными технологическими сложностями. Поэтому неферромагнитные композиции (медь, цинк, серебро), как показывает РЭМ анализ, представляют собой хаотически запутанные системы нитей. Коэффициенты поглощения в них при оптимальной толщине пленки достигает 40. Значительно лучшие результаты достигаются с использованием ферромагнитных порошков железа и сплава железо-кобальт. Электронномикроскопические исследования показывают, что эти нанопроволоки представляют собой квазимонодоменные структуры, у которых между осями легчайшего намагничивания анизотропии формы составляют 450. Причем длина домена примерно на порядок превосходит его поперечные размеры, а блоховские междоменные стенки закрепляются в местах скопления дефектов и дислокаций. Такие нанопроволоки ориентировались в магнитных полях в специальных устройствах. При этом длинные частицы в жидких суспензиях эффективно разбивались ультразвуком на отдельные моноблоки с отношением длина/диаметр порядка 10. Контроль отдельных технологических этапов с помощью растровой электронной микроскопии позволяет создавать многослойные

композиционные пленки с различными направлениями осей анизотропии формы в каждом слое. Отношение амплитуды падающей волны к отраженной в этом случае достигает значения 800.

К другому морфологическому типу нитевидных частиц, получаемых в двухслойной ванне, относятся поликристаллы, представляющие собой сильно вытянутые дендриты с небольшими боковыми ответвлениями. Пирамидальная цепочка основного остова по своим магнитным характеристикам близка к моделям последовательных сферических блоков. Разделение на отдельные блоки можно производить в жидкой полимерной матрице. Изменением концентрации ферромагнитной компоненты можно регулировать коэффициент поглощения.

При электрокристаллизации поликристаллические нити составляют 5-10 % от общего количества нанопроволок.

На основании РЭМ анализа можно сделать заключение о том, что оптимальными характеристиками обладают пленки, имеющие структуру своеобразных «сэндвичей». В них тонкие слои различным образом ориентированных монокристаллических частиц содержат равномерно распределенную поликристаллическую компоненту.

1. Бондаренко А.В., Бубликов Е.И., Коломиец В.В., Кулинич В.И., Найденов В.В. Электрокристаллизация порошков металлов. - Ростов н/Д: ДГТУ, 2013.-121 с.
2. Кулинич В.И., Бубликов Е.И., Найденов В.В., Кулинич Е.В. Способ приготовления образцов для измерения магнитных характеристик ферромагнитных порошков // Заводская лаборатория, №9, 2002, т. 68, стр. 48-49.

Морфология и структура модифицированной поверхности пленки SnO_2 методом вакуумной конденсации Ag, Au и Pd

С.Б. Кушев¹, А.А. Синельников², С.А. Солдатенко¹, С.В. Рябцев²,
М.А. Босых¹, Ключникова Е.С.², Репкина А.А.²

¹ Воронежский государственный технический университет,
394026, Воронеж, Московский пр-т. 14, Россия

² Воронежский государственный университет,
394006, Воронеж, Университетская пл. 1, Россия

Для увеличения чувствительности сенсорных элементов микроэлектронных датчиков газов на основе SnO_2 в настоящее время проводят модифицирование поверхности химическим методом - осаждением металлических наночастиц из растворов заданной концентрации [1, 2]. Этот процесс нанесения наночастиц не обеспечивает равномерного распределения модифицирующих наночастиц по поверхности сенсорного элемента.

Цель работы - исследование возможности модификации поверхности методом вакуумной конденсации металлов.

Исходные пленки SnO_2 получали методом термического оксидирования пленок Sn [3]. Тонкие пленки Ag и Pd толщиной 6-40 нм конденсировали на поверхность SnO_2 методом термического испарения из вольфрамовых испарителей в вакууме $2 \cdot 10^{-5}$ Па; пленки Au магнетронным распылением. Фазовый состав, структуру и ориентацию образующихся слоев исследовали на электронных микроскопах ЭМБ-100 БР и Zeiss Libra 120, морфологию поверхности методом АСМ на приборе Solver P47.

Установлено, что термическое оксидирование поликристаллических пленок Sn приводит к образованию SnO_2 трех модификаций с орторомбической, тетрагональной и кубической решетками (рис.1).

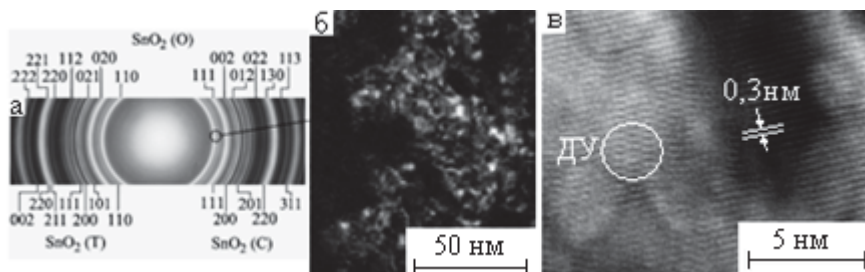


Рис.1. Фрагмент электронограммы (а), темнопольное (б) и светловольное (в) ПЭМ изображения исходных пленок SnO_2 ($d_{111} \text{ SnO}_2(\text{O}) = 0,298 \text{ нм}$).

Субструктура пленок представляет собой блоки с текстурированными нанозернами. Микродвойниковые прослойки с дефектами упаковки в решетке $\text{SnO}_2(\text{O})$ (рис.1в) можно интерпретировать как прослойки тетрагональной и кубической фаз, снимающие локальные напряжения в матрице (полиморфные превращения мартенситного типа).

В результате конденсации металлов на поверхности SnO_2 происходило образование трехмерных островков, что характерно для систем со слабым взаимодействием на межфазной границе конденсат-подложка (рис.2).

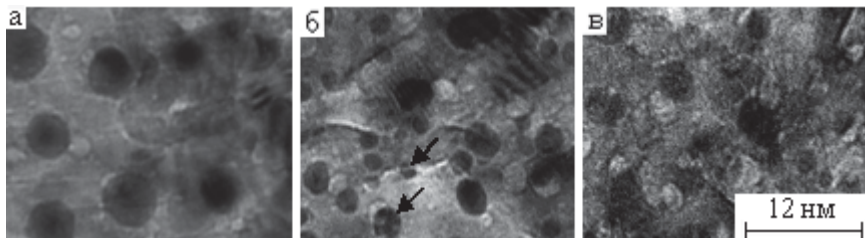


Рис. 2. ПЭМ изображения (Zeiss Libra 120) пленок SnO_2 с модифицированной поверхностью Ag (а) ($T_p=200^\circ\text{C}$, средняя толщина покрытия $h \sim 7$ нм), Au (б) ($T_p=200^\circ\text{C}$, $h \sim 4$ нм) и Pd (в) ($T_p=300^\circ\text{C}$, $h \sim 6$ нм)

Островки Ag имели произвольную ориентацию со слабо выраженной боковой огранкой. Увеличение размера островков приводит к образованию двойниковых прослоек и дефектов упаковки в них (рис.2а).

Дифракционный контраст в пределах отдельных островков Au выявляет наличие многократно сдвойникованных островков (показаны стрелками на рис.2б). Их образование свойственно системам со слабой связью на межфазной границе. Установлено, что при одной и той же средней толщине (h) металлического покрытия плотность островков Pd на поверхности пленок SnO_2 намного выше, чем у покрытия Ag, что обусловлено меньшей подвижностью атомов Pd. В отличие от Ag, в островках Pd не зафиксировано образования дефектов упаковки или двойниковых границ.

В результате построение гистограмм островков по размерам установлено, что основная часть островков Ag имеет размер ~ 6 нм при $h = 7$ нм, для Au - ~ 3 нм при $h = 4$ нм, для Pd - ~ 4 нм при $h = 7$ нм.

Работа поддержана грантом РНФ (№14-13-01470).

1. A.V. Marikutsa, M.N. Rumyantseva, L.V. Yashina, A.M. Gaskov, J. Solid State Chem, 2010, 183, 2389-2399.
2. С.И. Рембеза, К.Н. Багнюков, В.А. Буслов В.М., Аль-Тамеми Сб. докл. Международной научной конференции «Актуальные проблемы физики твердого тела» Минск:ГНПО «ГНПЦ НАН Беларуси по материаловедению», 2013, 3, 333-334.
3. С.В. Рябцев Дис. ...док. физ.-мат. наук, Воронеж, ВГУ, 2011, 156 с.

Сравнение значений размеров меры МШПС-2К, полученных с помощью РЭМ и ПЭМ

Ю.В. Ларионов

Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, 119991, Москва, Вавилова 38

Оценка систематической погрешности измерений линейных размеров (смещение значений) меры МШПС-2К с помощью РЭМ была проведена ранее в ходе сравнения результатов, полученных при использовании различных методик в рамках метода измерений [1]. Смещение определено также по результатам сравнения этих результатов с данными АСМ, а также с данными, полученными при моделировании РЭМ- изображения [2]. В [2] выявилось, что результаты измерения с помощью РЭМ занижены на $10\div 15$ нм. Однако, оценка смещения без анализа источников погрешности не позволяет предложить способы повышения точности измерений. Особые надежды возлагаются на метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), в котором достигается рекордное разрешение изображения объекта. В работе будет представлено первое сопоставление данных измерений ширины выступов меры с помощью РЭМ и ПЭМ и результаты анализа погрешностей измерения в каждом из них.

Измерения ширины верхнего основания выступа меры проводились в начале с помощью РЭМ S4800 (Hitachi) при $U=20\text{кэВ}$ и увеличении 90000х. Далее на образец наносился тонкий слой углерода. Расположение участка сканирования меры шириной несколько десятков нанометров фиксировалось и в дальнейшем вокруг него производилось ионное травление. Вытравленный участок (слайс толщиной ~ 40 нм) извлекался из подложки и переносился в ПЭМ Titan 80-300 (FIE). В ПЭМ формировалось изображение краевого участка слайса, торцом которого являлся участок сканирования меры в РЭМ. На изображении слайса вместе с профилем верхушки выступа, просканированного в РЭМ, наблюдались ряды атомов кремния, расположенные вдоль одной из его кристаллографических плоскостей. Это позволило измерить ширину верхнего основания зафиксированного выступа в единицах межплоскостных расстояний. Расстояние между плоскостями кремния ($d_{111}\sim 0,3136$ нм) известно с относительной неопределенностью 10^{-4} [3], поэтому значение ширины достижимо с погрешностью менее чем тысячные доли нанометра. Оказалось, что реальная погрешность измерения ширины верхнего основания выступа меры значительно больше.

Основной вклад в погрешность измерения этой величины по ПЭМ - изображению вносят: а) -отклонение формы верхней части профиля выступа от трапецеидальной, формируемой в идеале в результате анизотропного

травления кремния и априорно используемой в модели расчета линейных размеров по изображению в РЭМ [1] и б) -наличие пленки естественного окисла на поверхности выступа. Оказалось также, что форма кремниевых углов трапеции в верхней части выступа (на стыке кристаллографических плоскостей) зависит от технологического режима анизотропного травления кремния и не всегда воспроизводится. Т.к. толщина окисной пленки зависит от подлежащей кристаллографической плоскости кремния, то невозможность воспроизведения расположения кристаллографических плоскостей вблизи верхних углов выступа приводит к вариации толщины окисной пленки на этих углах и, как следствие, к вариации ширины выступа.

Измерение ширины верхнего основания с помощью РЭМ в соответствии с методикой [1] производилось с помощью программы обработки изображений на базе программной платформы NDPL [4]. Эта программа формирует кривую видеосигнала (ВС), усредненную по всем строкам РЭМ-изображения, линеаризует ее в соответствии с [1], выделяет точки на такой модифицированной кривой ВС, привязанные в соответствии с моделью к угловым точкам геометрического профиля выступа, определяет расстояния между этими точками кривой ВС и измеряет размеры всех участков трапеции. Проведен анализ погрешностей измерений ширины с помощью этой программы обработки РЭМ-изображений на основе алгоритма в [1].

В результате сопоставления результатов удалось установить, что:

- усредненное значение ширины верхнего основания выступов (по двум вариантам формы края и по нескольким значениям в диапазоне 17-50 нм), полученное по ПЭМ –изображениям больше соответствующего значения по РЭМ -изображениям, на $\sim 3 \div 4$ нм,
- разница усредненных значений ширины (в указанном выше диапазоне размеров), полученная для двух образцов с различными формами края на углах верхнего основания трапеции, составляет ~ 2 нм.

Таким образом, значения ширины выступа при использовании РЭМ занижены как и в [2], однако, в разной степени. Разница в степени занижения размера может определяться и выбором конкретного образца и методической погрешностью в каждом из методов измерений.

1. Ю.А. Новиков, А.В. Раков. Труды ИОФАН, 62, (2006) 36-76.
2. C.G.Frase, Yu.A.Novikov, *et al*, Meas.Sci.Technol,18 (2007) 439.
3. M.Fillipov, L.Vasiliev *et al*, Proc.of SPIE, v.8466OD1-7 (2012).
4. <https://yadi.sk/i/YtOL8GEid9nK4>

Зависимость контаминации образца в высоковакуумном РЭМ от режима сканирования

Ю.В. Ларионов

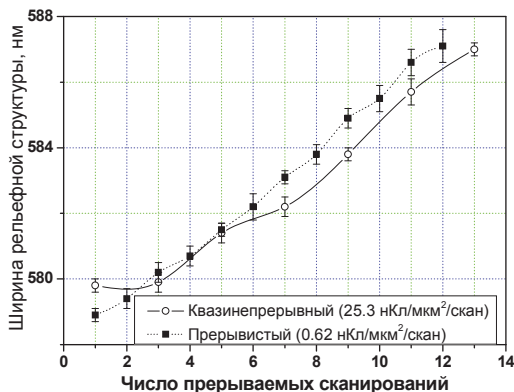
Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, 119991, Москва, Вавилова 38

Органическая пленка (или контаминация) образуется на сканируемой поверхности даже в высоковакуумном РЭМ. Это происходит из-за исходного наличия на этой поверхности углеводородных частиц (УВЧ), возможности их диффузии вдоль нее и стимулированного их высаживания.

В [1] была зафиксирована зависимость величины, пропорциональной скорости осаждения контаминационной пленки, от характера прерывания режима сканирования в высоковакуумном РЭМ S4800, Hitachi при энергии электронов 20 кэВ. Оказалось, что в прерывистом режиме сканирования темп осаждения пленки (на единицу дозы облучения) в десятки раз больше, чем в «квазинепрерывном» (где прерывания сканирования происходили в десятки раз реже).

Эффект вариации скорости осаждения объяснен еще в [2] характером диффузии подвижных УВЧ из участка поверхности вне зоны сканирования внутрь этой зоны (где существует сток подвижных УВЧ в результате их прикрепления к поверхности). Прикрепление УВЧ стимулировано взаимодействием УВЧ с медленными вторичными электронами -МВЭ. Поскольку МВЭ рождаются в том числе и за пределами участка сканирования (из-за генерации их потоком обратно рассеянных электронов из подложки с относительно большим угловым рассеянием), то часть подвижных УВЧ прикрепляется к поверхности за пределами области сканирования, в результате чего концентрация подвижных УВЧ в зоне сканирования, а также связанный с их концентрацией рост пленки там уменьшаются (эффект экранирования подвижных УВЧ). Равновесная концентрация УВЧ в зоне сканирования восстанавливается лишь по окончании периода сканирования. В [1] также делается вывод, что сток подвижных УВЧ в область сканирования происходит между периодами сканирования. И поскольку в прерывистом режиме эти промежутки длиннее, то заселение зоны сканирования подвижными УВЧ более полное и рост пленки при продолжении сканирования более активный (в предположении, что время заселения составляет десятки секунд). Вопреки этому объяснению выводы о контаминационной «вредности» прерываемого экспонирования в [1] основаны не на продолжительности времени между сканами, а на продолжительности самих сканов, по другому, на дозовых зависимостях скорости осаждения пленки. Поскольку доза облучения в непрерывном режиме больше, то и нормирован-

ный на дозу прирост толщины пленки меньше, чем в прерывистом режиме сканирования. Свидетельство логической ошибки этого вывода представлено на рисунке. На нем приведены зависимости величины, пропорциональной толщине пленки - ширины верхнего основания рельефной структуры, но не от дозы облучения, а от числа прерываний сканирований в прерывистом и квазинепрерывном режимах.



Как видно, в выбранных координатах кривые почти совпадают при различии доз облучения на одно сканирование для них почти в 40 раз (см. надпись под графиками). Ясно, что влияющей величиной является не доза облучения, а число прерываний. Из эксперимента также следует, что поверхностная диффузия УВЧ происходит довольно быстро, завершаясь до начала следующего периода облучения даже в прерывистом режиме (за время менее нескольких секунд). В работе выявилось также, что плотность заселения УВЧ различных участков поверхности кремния одной структуры - разная. В результате изменение ширины верхнего и нижнего основания структуры из-за контаминации происходит с разной скоростью. Предполагается, что плотность заселения поверхности рельефной структуры УВ частицами зависит от локализации электрических зарядов вблизи ее углов.

1. В.П.Гавриленко, В.Б.Митюхляев, А.В.Раков и др.//Нано-и микросистемная техника, №2, с.2-6, 2011.
2. M. Amman, J.W.Sleight, D. R. Lombardi// J.Vac.Sci. Technol. B, 1996, №14(1), p.54.

Рассеяние электронов металлическими наночастицами в низковольтной растровой электронной микроскопии.

В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров, О.Ф. Вывенко

СПбГУ, физический факультет; Санкт-Петербург, Петергоф, Ульяновская, 1.

Низковольтная растровая электронная микроскопия (НВРЭМ) является активно развивающимся направлением электронной микроскопии, имеющим множество приложений в биологии и медицине, а также в других областях науки. Перспективным направлением развития НВРЭМ являются методы, сочетающие использование низких ускоряющих напряжений и энергетической фильтрации обратнорассеянных электронов(ОЭ)[1]. Одной из основных проблем развития НВРЭМ является недостаток экспериментальных данных и теоретических представлений о механизмах взаимодействия электронов с веществом при низких величинах ускоряющих напряжений[2].

В представленной работе исследовалось рассеяние электронов с энергиями от 100 В до 1 кВ на наночастицах золота диаметром около 10 нм. Регистрация ОЭ осуществлялась внутрилинзовым детектором ESB с возможностью энергетической фильтрации электронов методом задерживающего потенциала(ЗП). На рисунке 1 представлены графики зависимостей сигналов эмиссии электронов, рассеянных пленкой золота толщиной 100 нм, наночастицами золота и кремниевой подложкой. При величинах ускоряющих напряжений менее 260 В сигнал ОЭ от наночастиц золота превышает сигнал ОЭ от толстой пленки золота, притом что сигнал вторичных электронов(ВЭ) таких особенностей не имеет. Это может означать, что при величинах ускоряющих напряжений менее 260 В наночастицы золота более эффективно рассеивают электроны на малые углы. На рисунке 2 представлена зависимость контраста между пленкой золота и золотыми наночастицами от ускоряющего напряжения. При приложении ЗП величина контраста между пленкой золота и наночастицами увеличивается. Это свидетельствует о том, что сигнал ОЭ от наночастиц золота при величинах ускоряющих напряжений менее 260 В формируется преимущественно электронами, рассеянными с малыми потерями энергии. Согласно литературным данным[3], механизм, обеспечивающим такое рассеяние, может являться рассеяние на плазмонах. Настоящая работа посвящена изучению этого эффекта.

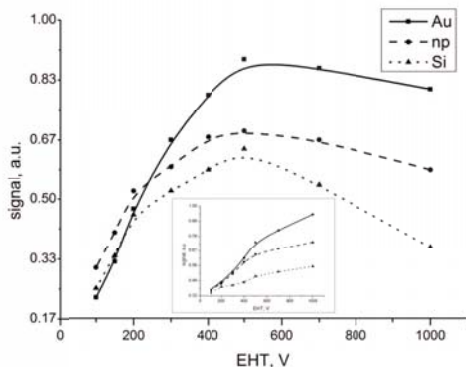


Рис 1. Зависимости сигналов эмиссии ОЭ от ускоряющего напряжения. На вставке – зависимости сигналов ВЭ от ускоряющего напряжения.

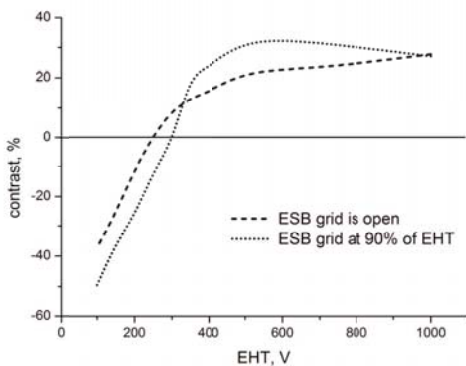


Рис 2. Зависимость контраста между пленкой золота и золотыми наночастицами от ускоряющего напряжения при выключенном ЗП и ЗП, равном 90% от величины ускоряющего напряжения.

1. *H. Jaksch*. Book of tutorials and abstracts of EMAS 2011, 2011, pp 255-269
2. *J. Cazaux, N. Kuwano, K. Sato* // Ultramicroscopy, 2013, v. 135, pp 43-49.
3. *Chun Kai Xu et al.* // Nature Physics Letters, 2014, v. 10, pp 753-757. .

Определение диффузионной длины и времени жизни неосновных носителей заряда в нитриде галлия по зависимости интенсивности катодолюминесценции от энергии электронов пучка

Н.Н. Михеев¹, Н.А. Никифорова², М.А. Степович^{2,3}, S. Bauer⁴, C. Grund⁴, J. Helbing⁴, M. Hocker⁴, K. Thonke⁴, I. Tischer⁴

¹ Филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки – Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН – Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», 248640, г. Калуга, Академическая 8, Россия

² Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, г. Калуга, Ст. Раина 26, Россия

³ Ивановский филиал Российского экономического университета им. Г.В. Плеханова, 153025, г. Иваново, Дзержинского 53, Россия

⁴ Institute of Quantum Matter, Semiconductor Physics Group, University Ulm, Albert-Einstein-Allee 45, D-89069, Ulm, Germany

В продолжение работы [1], методом катодолюминесценции (КЛ) нами было проведено экспериментальное исследование нелегированного монокристаллического нитрида галлия n-типа, выращенного методом гидридно-фазовой эпитаксии (HVPE). Экспериментальная регистрация спектров КЛ-излучения проводилась на модифицированной установке серийного электронного микроскопа [2], в котором в качестве источника электронов использовалась электронная пушка системы дифракции быстрых отраженных электронов (RHEED-gun, STAIB Instruments GmbH). Были выполнены серии измерений при низких ускоряющих напряжениях (3-12 кВ) и различных температурах (при температуре жидкого гелия, при температуре жидкого азота и при комнатной температуре). Регистрировалось КЛ излучение, обусловленное экситонной рекомбинацией, и КЛ излучение, связанное с примесной рекомбинацией неравновесных носителей заряда.

Для обработки экспериментальных данных и определения электрофизических параметров образцов нитрида галлия в работе применяли методику, основанную на использовании зависимости интенсивности КЛ от энергии электронов пучка при постоянном уровне генерации неосновных носителей заряда (ННЗ) [3]. Ранее данная методика была успешно использована на ряде прямозонных полупроводниковых соединений A^3B^5 и A^2B^6 при исследовании КЛ излучения, в т.ч. связанного с примесной рекомбинацией неравновесных носителей заряда, она подробно изложена в работах [4, 5].

Для количественного описания КЛ и определения искомых электрофизических параметров исследуемого материала были использованы подходы работ [3-10]. В работах [7-10] эти подходы были использованы для измерения важных параметров ряда полупроводниковых материалов и структур оптоэлектроники: диффузионных длин ННЗ, времени жизни ННЗ, скорости поверхностной рекомбинации ННЗ, спектральной зависимости коэффициента поглощения краевого излучения в прямозонных полупроводниках.

С помощью данной методики нами были получены значения величин диффузионной длины и времени жизни ННЗ и связанных экситонов в нитриде галлия, а также спектральные зависимости коэффициента самопоглощения краевого излучения.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания (проект № 1416), а также Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Степович М.А. Изв. РАН. Сер.физ., 2012, 76, 1082-1085.
2. Prinz G.M., Ladenburger A., Schirra M., Feneberg M., Thonke K., Sauer R., Taniyasu Y., Kasu M., and Makimoto T. J. Appl. Phys., (2007), 101, P. 023511.
3. Михеев Н.Н., Петров В.И., Степович М.А. Изв. АН СССР, Сер.физ., 1991, 55, 1474-1482.
4. Михеев Н.Н., Петров В.И., Степович М.А. Изв. РАН, Сер.физ., 1992, 56, 176-182.
5. Михеев Н.Н., Петров В.И., Степович М.А., Аль Шаер В. Вестник МГТУ, Сер. Машиностроение, 1993, 2, 3-8.
6. Михеев Н.Н., Никоноров И.М., Петров В.И., Степович М.А., Аль Шаер В. Изв. АН СССР, Сер.физ., 1990, 54, 267-270.
7. Михеев Н.Н., Никоноров И.М., Петров В.М., Степович М.А. Известия АН СССР, Сер. физ., 1990, 54, 332-335.
8. Михеев Н.Н., Никоноров И.М., Петров В.И., Степович М.А., Аль Шаер В. Известия АН СССР, Сер. физ., 1990, 54, 362-365.
9. Гареев А.Ф., Михеев Н.Н., Петров В.И., Степович М.А. Известия РАН. Сер. физ., 1992, 56, 90-94.
10. Михеев Н.Н., Петров В.И., Степович М.А., Невструева Е.В. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., 2000, 2, 75-79.

Новая фундаментальная матричная поправка для количественного рентгеноспектрального микроанализа

Н.Н. Михеев

Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», 248640, г. Калуга, ул. Академическая, д. 8, Россия

Количественный рентгеноспектральный микроанализ (КРСМА) является одним из наиболее востребованных электронно-зондовых методов, который успешно применяется в современном материаловедении, микроэлектронике, оптоэлектронике, минералогии, петрографии, биологии и медицине для измерения и контроля элементного состава вещества. Метод, в целом, успешно решает практические задачи, связанные с метрикой элементного состава твёрдотельных образцов с точностью 2-5 относительных процента [1,2]. Однако одной из наиболее уязвимых и слабых сторон КРСМА было и остаётся отсутствие единого универсального подхода в решении прямой задачи метода, а именно: возможности проведения расчёта приведенных интенсивностей рентгеновских линий характеристического спектра, анализируемых элементов, в образцах известного состава с указанной выше точностью. Это проявляется, прежде всего, в наличии целого ряда разнообразных методик по введению матричных поправок в экспериментально измеряемые отношения интенсивностей линий в образце и эталоне [3]: от классической и фундаментальной ZAF-методики до полуэмпирической методики α -коррекции. Соответственно в этих условиях каждый исследователь-аналитик вынужден выбирать ту методику коррекции, которая может обеспечить для данного материала наилучшую точность анализа. Поскольку КРСМА являет собой типичный пример решения обратной задачи, то отмеченный недостаток метода, во-первых, существенно снижает и сужает его потенциальные возможности, например, в условиях не всегда полной информации о коэффициентах ослабления рентгеновской флуоресценции вблизи краёв поглощения. Во-вторых, он указывает на наличие некоторого фактора, не учитываемого до настоящего времени, который обуславливает различие условий формирования рентгеновского излучения в образце и в эталоне.

Целью данного исследования явилось установление природы этого ранее не учитываемого фактора, проведение количественной оценки его вклада в измеряемые интенсивности и изучение возможности решения прямой задачи КРСМА по расчёту относительных интенсивностей анали-

зируемых линий в материалах известного состава с точностью 2-5 % (относительных). Ранее в работах [4-6] были существенно усовершенствованы методики введения поправок на поглощение анализируемого излучения, обратное рассеяние первичных электронов зонда и тормозную способность электронов в веществе. В рамках данного исследования проведено теоретическое обоснование необходимости введения в результаты КРСМА новой фундаментальной матричной поправки, обусловленной различием атомных концентраций в единице объема эталона и изучаемого образца, и определено значение этой поправки. Представлены результаты применения новой поправки при решении прямой задачи на примере бинарной системы золото-медь в широком диапазоне содержания элементов и бинарной системы никель-медь в широком диапазоне энергий первичных электронов [7,8]. Приводятся примеры использования полученного решения прямой задачи на основе применения новой поправки для уточнения значений величин массового коэффициента ослабления L_α – линии серебра в золоте и L_α – линии палладия в золоте, а также K_α – линии алюминия в меди.

Исследования выполнены при частичной финансовой поддержке РФФИ и Правительства Калужской области в рамках научного проекта № 14-42-03062.

1. Рид С.Д. Электронно-зондовый микроанализ. М.: Мир. 1979. 423 с.
2. Малви Т., Скотт В.Д., Рид С.Д. и др. Количественный электронно-зондовый микроанализ. М.: Мир. 1986. 352 с.
3. Лаврентьев Ю.Г., Королюк В.Н., Усова Л.В. // Журн. Аналитической химии. 2004. Т. 59. № 7. С. 678-696.
4. Михеев Н.Н., Степович М.А., Широкова Е.В. // Известия РАН. Серия Физическая. 2010. Том 74. № 7. С. 1049-1053
5. Михеев Н.Н., Степович М.А., Широкова Е.В. // Прикладная физика, 2012. № 2. С. 31-35.
6. Михеев Н.Н., Степович М.А., Широкова Е.В. // Известия РАН. Серия физическая. 2012. Том 76. № 9. С. 1112-1115.
7. Пул Д в кн.: Физические основы рентгеноспектрального локального анализа, перевод с англ., под ред. И.Б. Боровского, М.: Наука. 1973. С. 28-68.
8. Pouchou J.-L., Pichoir F. In: Electron Probe Quantitation, Edited by K.F.J. Heinrich and D.E. Newbury, Plenum Press. New York. 1991. P. 31-74.

Соотношение плазменных и одноэлектронных потерь энергии для быстрых электронов, прошедших тонкую пленку вещества

Н.Н. Михеев

Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», 248640, г. Калуга, ул. Академическая, д. 8, Россия

Представлены результаты применения модели многократного неупругого рассеяния заряженных частиц [1-3] для оценки вклада одноэлектронных потерь энергии в общий экспериментальный спектр потерь энергии быстрых электронов, прошедших тонкопленочную мишень [4,5].

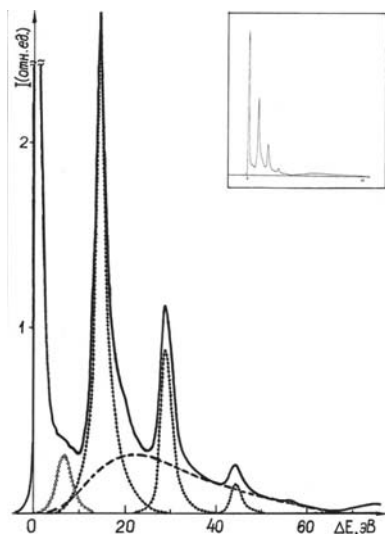


Рис. 1 Спектр энергетических потерь электронов с энергией $E_0 = 1.0$ МэВ, прошедших пленку алюминия толщиной 2600 Å: сплошная линия – эксперимент из работы [4]; точки – пики коллективных плазменных потерь; пунктир – рассчитанные распределения одноэлектронных потерь энергии. На вставке продублирован экспериментальный спектр с полноценным пиком нулевых потерь.

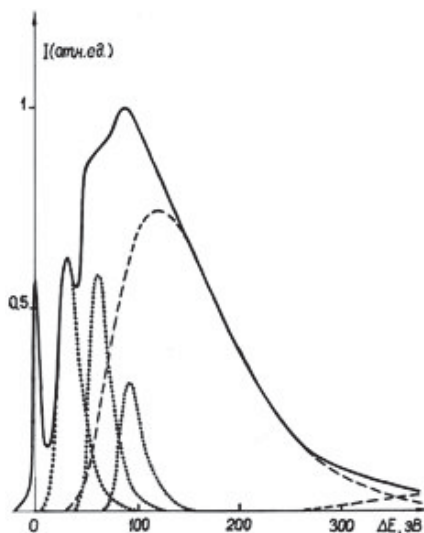


Рис. 2 Спектр энергетических потерь электронов с энергией $E_0 = 60$ кэВ, прошедших пленку углерода толщиной 3370 Å: сплошная линия – эксперимент из работы [5]; точки – пики коллективных плазменных потерь; пунктир – рассчитанные распределения одноэлектронных потерь.

Исследования выполнены при частичной финансовой поддержке РФФИ и Правительства Калужской области в рамках научного проекта № 14-42-03062.

1. *Михеев Н.Н.* // Известия РАН. Серия Физическая. 2000, Том 64. №11. С.2137-2143.
2. *Михеев Н.Н., Степович М.А., Юдина С.Н.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009. №3. С.53-57.
3. *Михеев Н.Н.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2010. №4. С. 25-30.
4. *Perez J.P., Sevely J.* // J. Microsc. Spectrosc. Electron. 1980. Vol. 5. No. 3. P. 407-413.
5. *Balladore J.L., Soum G., Martinez J.P., Arnal F.* // J. Microsc. Spectrosc. Electron. 1980. Vol. 5. No. 3. P. 371-381.

Исследование влияния температурного отжига *in-situ* на микроструктуру ленты NbTi методами ПРЭМ.

А.В. Овчаров¹, И.А. Каратеев¹, К.Г. Каратеева¹, М.Ю. Пресняков¹, В.В. Гурьев¹,
С.В. Шавкин¹, В.С. Круглов¹, А.Л. Васильев^{1,2}

¹НИЦ «Курчатовский институт»,
123182 Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1.

²Учреждение Российской академии наук Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН, 119333 Россия, Москва, Ленинский пр., 59.

Сверхпроводники NbTi широко используются для изготовления токоне-
сущих элементов магнитных систем [1]. На их основе созданы магнитные
системы ускорителей Tevatron (США), HERA (Германия) и других, а также
накопители и генераторы энергии, двигатели, высокоскоростные железно-
дорожные линии на магнитной подушке [2]; медицинские приборы (МРТ)
[3]. Такая востребованность вызывает требования к оптимизации и улуч-
шению структуры и свойств сверхпроводящих лент.

В работе исследовались ленты NbTi, полученные с помощью прокатки
слитков. Образцы для ПРЭМ были приготовлены с помощью фокусиру-
емого ионного пучка в сканирующем электронно-ионном микроскопе
Helios DualBeam 600 (FEI, США) вдоль линии прокатки.

После приготовления проводилось изучение воздействия температурно-
го отжига *in-situ* до 800°C с шагом 50°C на структуру и морфологию образ-
цов в просвечивающем растровом электронном микроскопе TITAN 80-300
(FEI, США).

Исследования показали, что стандартные методы просвечивающей
электронной микроскопии не дают возможности определить микрострук-
туру образцов, и только применение ПРЭМ, в том числе высокого разре-
шения, позволяет проследить за динамикой формирования преципитатов Ti
в матрице. Оказалось, что активное выделение α -фазы Ti начинается при
температуре 750°C (Рис 1 (а) и (б)). После охлаждения выделения не рас-
творяются (Рис.2 (а)). В выделениях Ti обнаружена высокая концентрация
структурных дефектов (Рис.2 (б)). Предположительно дефекты представ-
ляют собой включения кубической фазы Ti в гексагональную модифика-
цию. Полученные результаты подтверждены энергодисперсионным микро-
анализом и микроскопией высокого разрешения с последующей Фурье-
фильтрацией.

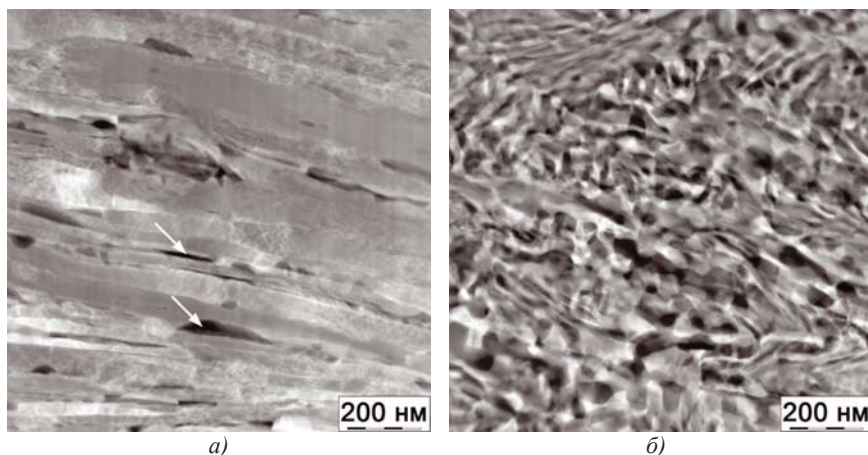


Рис. 1. ПРЭМ изображения поперечного среза ленты NbTi, вырезанного вдоль направления прокатки во время температурного отжига *in-situ*: а) при 100°C (белыми стрелками обозначены включения Ti); б) при 800°C.

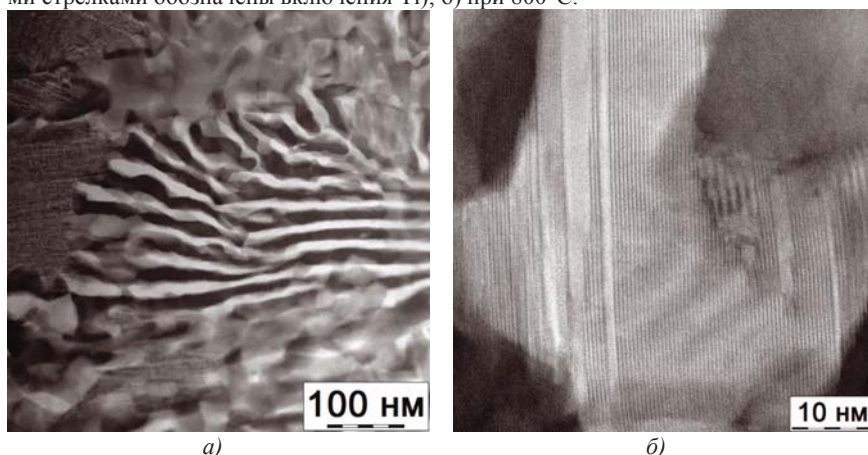


Рис. 2. а) ПРЭМ изображения поперечного среза ленты NbTi, вырезанного вдоль направления прокатки после охлаждения при 36°C, б) Светлопольное ВР ПРЭМ изображение частицы α -фазы Ti.

1. Брехна Г. *Сверхпроводящие магнитные системы*. / Под ред. В.Р. Карасика. — М.: Мир, 1976.
2. М.Уилсон. *Сверхпроводящие магниты*, М.: "Мир", 1985.
3. D.E.Andrews. *Magnetic resonance imaging in 1987* // *Adv. Cryog. Eng.* 1988, v.33, p.1-7

Исследование введенных при деформации индентором дефектов упаковки в 4H-SiC

В.И. Орлов^{1,2}, Е.Б. Якимов¹

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

2 Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Дефекты упаковки часто присутствуют в SiC, потому что они обладают очень низкой энергии образования по сравнению с Si и, следовательно, различные виды дефектов упаковки могут быть легко введены в эти кристаллы. Дефекты упаковки существенно влияют на параметры приборов, кроме того, в 4H-SiC их можно рассматривать как гетерополитипные квантовые ямы, что стимулирует исследования электрических и оптических свойств этих дефектов. В настоящей работе дефекты упаковки 4H-SiC п-типа создавались движением частичных дислокаций в плоскостях скольжения (0001), перпендикулярных верхней поверхности (11-20) в процессе деформации алмазной пирамидкой Виккерса при 600°C. Нагрузка на индентор составляла 2.5 Н, продолжительность деформации 15 мин. Оптические свойства дефектов упаковки изучались методом катодolumинесценции (КЛ) в растровом электронном микроскопе JSM 6480 (Jeol) при энергии 25 кэВ и токе пучка порядка 1 нА. КЛ измерения позволяют определить тип дефектов упаковки, поскольку спектры излучения различных типов дефектов упаковки хорошо известны. Исследования методом наведенного тока проводились в растровом электронном микроскопе JSM 840 (Jeol) при токе пучка порядка 0.1 нА.

Обнаружено, что длина двойных дефектов упаковки Шокли (пик КЛ при 505 нм), образующегося при скольжении пары 30° частичных дислокаций в соседних плоскостях скольжения превышает 400 мкм (Рис. 1). В то же время одиночные дефекты упаковки Шокли (пик КЛ при 422 нм), образованные скольжением одиночных частичных дислокаций, имеют гораздо меньшую длину и могут быть обнаружены только рядом с отпечатком (Рис. 2). Такое поведение хорошо согласуется с наблюдаемым в 4H-SiC, деформированном консольным изгибом, где было также отмечено, что подавляющее большинство дефектов упаковки являются двойными дефектами упаковки Шокли и одиночные дефекты упаковки были выявлены только вблизи царапины, которая служила источником дислокаций [1,2]. Поскольку при деформировании индентором напряжения быстро уменьшаются с расстоянием от индентора, возникает вопрос, действительно ли главной движущей силой, ответственной за расширение дефектов упаковки, является упругие напряжения. Следует отметить, что, как следует из измерений КЛ выигрыш в энергии для

электронов, захваченных на двойные дефекты упаковки (0.48 эВ) выше, чем для электронов, захваченных на одиночные дефекты упаковки. Этот выигрыш в энергии и может быть основной движущей силой для расширения дефектов упаковки. Измерения методом наведенного тока показали, что оба типа дефектов упаковки дают светлый контраст в этом режиме, т.е. с оба типа дефектов являются квантовыми ямами.

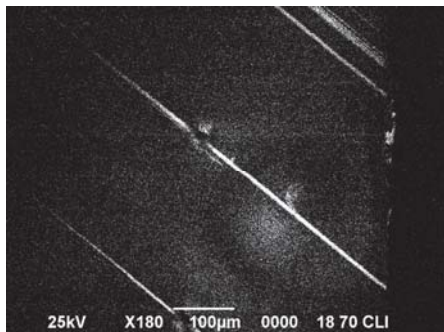


Рис. 1. КЛ изображение образца 4H-SiC с отпечатками индентора, полученное на длине волны 505 нм.



Рис. 2. КЛ изображение 4H-SiC с отпечатком индентора, полученное на длине волны 422 нм.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (грант 13-02-00021).

1. *G. Regula, M. Lancin, B. Pichaud, T. Neisius, R. Dainechе and S. Juillaguet.* Phil. Mag., 2013, 93, 1317-1325.
2. *E.B. Yakimov, G. Regula, B. Pichaud.* J. Appl. Phys., 2013, 114, 084903.

Тестирование полупроводниковых преобразователей бета-излучения с помощью РЭМ

М.А. Поликарпов¹, В.Я. Панченко¹, Е.Б. Якимов²

*1 Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт",
г. Москва, Россия*

*2 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Бета-вольтаические элементы на основе изотопа ^{63}Ni перспективны в качестве долгоживущих источников тока. Важной составляющей таких элементов, помимо радиоактивного источника электронов, является полупроводниковый преобразователь энергии бета-излучения в электрическую энергию. Для оптимизации структуры полупроводникового преобразователя энергии целесообразно использовать имитаторы радиоактивного источника бета-излучения. В качестве такого имитатора достаточно часто используется растровый электронный микроскоп (РЭМ), поскольку он позволяет варьировать энергию электронного пучка от нескольких сот эВ до десятков кэВ. При бета-распаде ^{63}Ni электроны распределены по энергии в интервале от 0 до $E_{\text{max}}=66.7$ кэВ, все направления скорости равновероятны. На выходе из пленки конечной толщины это распределение искажается. Один из подходов, используемых ранее для имитации источника бета-излучения, заключается в выборе одной или нескольких энергий электронного пучка, зависимость поглощенной энергии от глубины для которых наиболее хорошо совпадает с соответствующей зависимостью для бета-частиц. В частности, в некоторых работах выбирается энергия пучка равная средней энергии бета-частиц 17.1 кэВ. Однако расчеты потерь энергии бета-частицами, эмитированными из пленки ^{63}Ni , методом Монте-Карло показали, что зависимость скорости генерации неравновесных носителей заряда от глубины при бета-излучении качественно отличается от распределения скорости генерации для моноэнергетического электронного пучка (Рис. 1). Если для электронного пучка это распределение достаточно хорошо описывается одной или двумя функциями Гаусса, то для бета-частиц зависимость скорости генерации от глубины близка к экспоненциальной. Из этого следует, что зависимость скорости генерации электронно-дырочных пар бета-частицами из ^{63}Ni практически невозможно имитировать одним или несколькими моноэнергетическими электронными пучками при любом выборе их энергии. Поэтому стратегия выбора оптимальных условий для имитации бета-излучения электронным пучком должна быть основана не на подгонке функции генерации, а на выборе параметров мик-

роскопа, позволяющих получать такой же индуцированный ток, как и при бета-излучении.

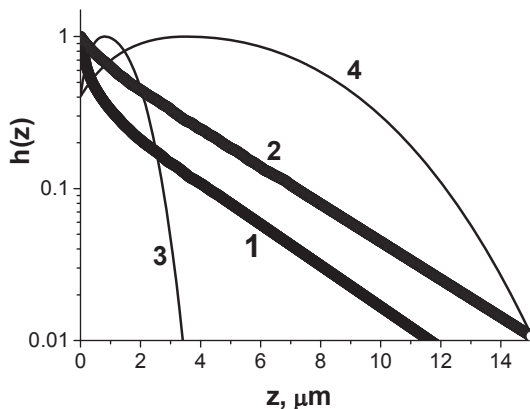


Рис. 1. Рассчитанные методом Монте-Карло нормализованные зависимости скорости генерации от глубины бета-частиц, эмитированных из пленки ^{63}Ni толщиной 10 нм (1) и 3000 нм (2), и для моноэнергетического электронного пучка с энергией 17.1 (3) и 40 кэВ (4).

Индуцированный в полупроводниковом преобразователе ток можно рассчитать как свертку функции генерации с вероятностью собирания, которая равна току, индуцированному одиночным зарядом, в зависимости от координаты его генерации. При этом вероятность собирания можно рассчитать, как решение диффузионного уравнения с соответствующими граничными условиями, но без члена описывающего генерацию. Для достаточно простых структур, таких как барьеры Шоттки и p-n переходы вероятность собирания зависит от нескольких параметров, таких как ширина области пространственного заряда, диффузионная длина, глубина p-n перехода и т.д. Эти параметры можно экспериментально определить для конкретной структуры, например, путем подгонки измеренной в РЭМ зависимости от энергии пучка рассчитанной. Далее используя эти параметры для исследуемой структуры можно рассчитать индуцированный бета-излучением ток. Остальные характеристики преобразователя, такие как напряжение холостого хода, фактор заполнения и максимальную мощность легко измерить в растровом электронном микроскопе, установив такой ток пучка, чтобы индуцированный ток был равен рассчитанному значению.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (грант 14-29-04056).

Структура и состав многослойных пленок Fe/Si

Е.В. Пустовалов¹, А.Л. Чувилин^{2,3}, А.С.Гуральник⁴, Е.Б Модин¹,
А.В. Кириллов¹, В.В. Ткачев¹, В.С. Плотников¹, С.В. Ваванова⁴,
Н.Г. Галкин⁴, Ko-Wei Lin⁵

¹ Дальневосточный федеральный университет, 690950, г.Владивосток, Суханова 8

² CIC NanoGUNE Consolider, Tolosa Hiribidea 76,

Donostia-San Sebastian 20018, Spain

³ Ikerbasque, Basque Foundation for Science, Alameda Urquijo 36-5,
48011 Bilbao, Spain,

⁴ Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН, 690041,

г. Владивосток, ул. Радио, 5

⁵ Electrical Engineering Dept., National Chung Hsing University, Taichung 402, Taiwan

Силициды железа, обладающие магнитными и оптоэлектронными свойствами, необходимыми для развития элементной базы микроэлектроники, являются перспективными материалами для кремниевой технологии. Но обычные методы их осаждения и эпитаксии трудно совместимы с низкотемпературными режимами создания полупроводниковых схем [1]. Перспективными подходами представляются методы мультислойного и ультрабыстрого осаждения структур Fe/Si при температурах подложки ниже 500°C [2].

Данная работа посвящена исследованию структуры и состава мультислойных структур Fe/Si методами сканирующей просвечивающей микроскопии (HAADF STEM), энергодисперсионного микроанализа (EDS), спектроскопией края потерь электронов (EELS) и просвечивающей электронной микроскопии (HRTEM).

Структура из нескольких бислоев (Fe/a-Si) осаждалась на Si(111) при КТ. Стехиометрия внутри слоёв соответствовала Fe₃Si или FeSi (в прослойке между слоями Fe₃Si). Толстые слои Fe разбивали на порции ≈0.4-0.7 нм, чтобы уменьшить нагрев образца излучением от испарителя. Электронно-микроскопические исследования выполнялись на ПЭМ Titan 80-300 при ускоряющих напряжениях 80 и 300 кВ.

Полученные электронно-микроскопические изображения показывают, что слой Fe₃Si, осаждённый непосредственно на подложку Si(111) большими порциями, имеет чёткие границы и заданную толщину (≈4-5 нм), а следующие слои размыты и их видимые толщины существенно зависят от осаждаемого количества железа, рис.1а. Если порции Fe малы, границы всех слоёв более диффузные, рис 1б. Элементный анализ демонстрирует хорошее согласие с изображениями структуры HRTEM и HAADF STEM по размерам и ширине интерфейсов между слоями, рис.2. Концентрация кремния в слоях составляет от 10 до 25 ат.%, что превышает предел раство-

римости кремния в объемных образцах железа. Возможно, формируется нестехиометрический сплав Fe_3Si с неупорядоченным замещением железа кремнием по типу структуры DO3, аналогично сплавам Гейслера [3].

Полученные результаты объясняются тем, что скорость диффузии железа в кремнии ($\approx 10^{-18} \text{ м}^2/\text{с}$) гораздо выше, чем в силицидах ($\approx 10^{-25}-10^{-31} \text{ м}^2/\text{с}$). Когда количество Fe достаточно для формирования сплошного слоя силицида, диффузия резко замедляется и формируется резкая граница.

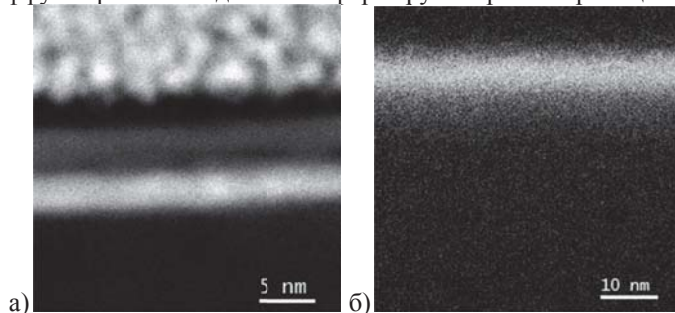


Рис. 1. HAADF STEM слоев, в порядке осаждения бислоев Fe/Si, снизу вверх: а) Si(111)/(Fe/a-Si)5nm/(Fe/a-Si)1.3nm/(Fe/a-Si)5nm/Pt (видна прослойка состава $\sim\text{FeSi}$ между слоями, богатыми Fe); б) Si(111)/(Fe/a-Si)4nm/(Fe/a-Si)0.66nm/(Fe/a-Si)4nm по 0.4 нм Fe (видно распределение железа на ~ 10 нм на интерфейсе Si(111)/Fe).

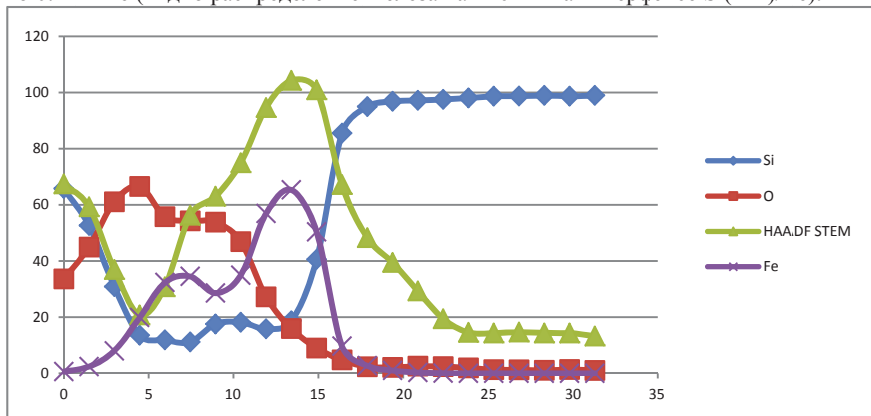


Рис. 2. Профили концентрации элементов в ат.% перпендикулярно слоям, интенсивность HAADF STEM в относительных единицах, для образца рис. 1а.

4. Работа выполнена при поддержке ДВФУ, Министерства образования и науки РФ (госзадание №559), Russia– Taiwan Grant № 13-HHC-002.

1. D. Leong, M. Harry, K. Reeson, K. Homewood. Nature. (1997), 387, 686-688.
2. A.S. Gouralnik et al. J. Appl. Phys. A, 2013, 112(2), pp.507-515
3. Mi-Jung Woo and Soon C. Hong. J. Kor. Phys. Soc., 2006, 48(6), pp. 1405-1408

Новые возможности и перспективы методов электронной спектроскопии в сканирующем электронном микроскопе.

Э.И. Рав^{1,2}, А.В. Гостев², С.А. Дицман², С.В. Зайцев¹, С.Ю. Купреенко¹,
А.А. Татаринцев², И.О. Толстов¹

¹ Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва

² Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

В настоящем сообщении приводятся предварительные результаты исследования новых возможностей РЭМ — микротомографа [1], снабжённого тороидальным спектрометром электронов и двумя детекторными системами на основе микроканальных пластин (МКП). Новая модификация прибора представлена на рис. 1. Электронный зонд 1 сканирует по поверхности исследуемого образца 3. Под объективной линзой 2 РЭМ установлен тороидальный спектрометр в корпусе 4. ВЭ или ОРЭ, эмитированные с образца 3, через входную кольцевую щель 6 сепарируются по энергиям в тороидальном конденсаторе 5, и проходят через выходные кольцевые апертуры 7 и 8. Отфильтрованные по энергиям ВЭ или ОРЭ детектируются двумя МКП 9 (А и В), расположенными напротив друг друга. Сигналы А и В с этих детекторов могут поступать на РС 11 для регистрации спектров, либо на экран монитора РЭМ. С помощью блока 10 можно осуществлять операции суммирования (А+В) и вычитания (А-В) сигналов. Как известно, такие операции позволяют получать контраст либо от химического состава образца (Z-контраст), либо от топографии поверхности. В нашем случае этот контраст усиливается и даёт более однозначную интерпретацию за счёт фильтрации детектируемых электронов в узком энергетическом окне. Суммирование и вычитание сигналов с двух противоположно ориентированных детекторов значительно усиливают этот эффект.

Демонстрационные примеры приводятся на рис. 2, где снят фрагмент композиционно неоднородного образца, состоящего из сплава различных материалов, в частности Cr, Si, Cu, W. Изображения получены при энергии первичного пучка электронов $E_0=10$ кэВ, токе $I_0=1$ нА, энергии отфильтрованных ОРЭ, формирующих изображение, $E_{BSE}=8$ кэВ (а) и (б) , и при энергии ВЭ $E_{SE}=4$ эВ (в) и (г) . Заметно сильное различие в контрасте изображений по составу элементов — при суммировании сигналов и по топографии поверхности — при вычитании сигналов, как в режиме ОРЭ, так и ВЭ.

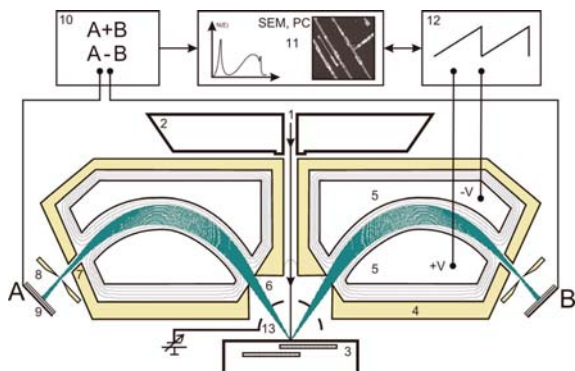


Рис. 1 Схема тороидального спектрометра — микротомографа в РЭМ.

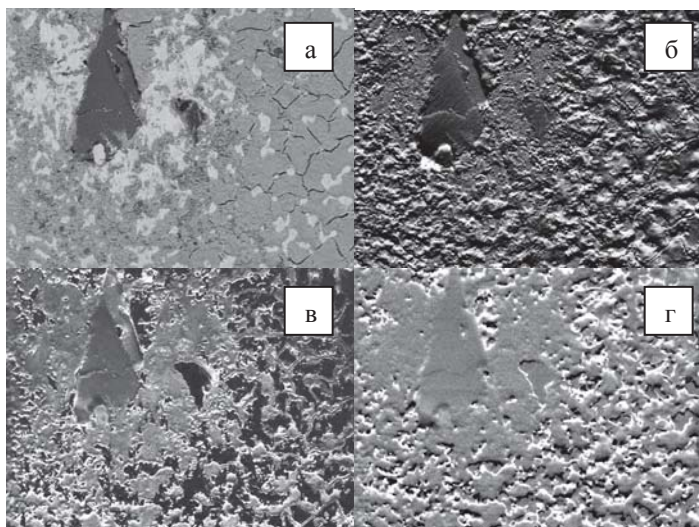


Рис. 2 Изображение поверхности сложного по составу образца в режиме ОРЭ при суммировании сигналов A+B (а) и вычитании A-B (б). Изображения в режиме ВЭ при суммировании сигналов A+B (в) и вычитании A-B (г).

В докладе отмечаются перспективные возможности нового прибора при трёхмерной реконструкции топологии поверхности, при определении распределения концентраций примесей в полупроводниках, а также для измерения локальных толщин ультратонких покрытий.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 15-02-01557)

1. *А.В. Гостев, Н.А. Орликовский, Э.И. Рау, А.А. Трубицын.*// ЖТФ, 2013, т. 83, вып. 3, с. 140.

Ионная литография единичных плазмонных наноструктур в тонких слоях благородных металлов

О.Ю. Рогов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский проспект 59, Россия

Одним из перспективных приложений современной ионной литографии является создание трехмерных оптических наноструктур в тонких пленках благородных металлов. Особый интерес представляют оптические свойства таких материалов: аномальное пропускание света, экстремальная хиральность [1,2] и гигантская нелинейность [3,4].

Программное обеспечение двулучевого микроскопа Helios Nanolab 650 позволяет использовать сложные цифровые шаблоны (стрим-файлы), содержащие координаты x , y и параметр dwelltime, отвечающий за глубину травления ионным пучком. По запрограммированному шаблону методом ионной литографии были изготовлены единичные субволновые 3D хиральные наноструктуры диаметром 250 нм в пленке из поликристаллического золота на подложке из слюды. Из Рис.1а видно, что размеры зерен в поликристаллическом золоте сравнимы с размером внутренних элементов наноструктуры, что осложняет точное воспроизведение модели ионным травлением такой пленки (Рис.1 б). Точность изготовления структур необходима для появления сильной оптической активности и кругового дихроизма [1].



Рис. 1. Единичная 3D хиральная наноструктура диаметром 230 нм в поликристаллической золотой пленке толщиной 200 нм: а) Изображение РЭМ; б) 3D модель шаблона травления

Использование монокристаллического золота позволило выполнить травление с большей точностью, поскольку размер зерен в несколько раз превышает диаметр наноструктур. Травление производилось на пределе

разрешения ионной колоны (ток ионного пучка 1 и 7 пА) в монокристаллической золотой пленке толщиной 100 нм на подложке из слюды как без наклона (Рис 2а), так и под углом 30° к поверхности образца (Рис. 2 б, в) для уменьшения перепыления материала. Были изготовлены гибридные наноструктуры сложной формы, состоящие из отверстия диаметром 200 нм и острий, обладающих различными углами раствора 36°, 45° и 101° (Рис.2) и радиусом закругления до 10 нм. Форма обуславливается тем, что отверстие выполняет функцию резонатора, а заострение – концентратора на определенной длине волны.

Таким образом, ионная литография с использованием программируемых цифровых шаблонов дает возможность устанавливать порядок травления элементов структуры, позволяет эффективно контролировать форму и геометрические параметры наноструктур и получать качественные образцы для оптических экспериментов [1].

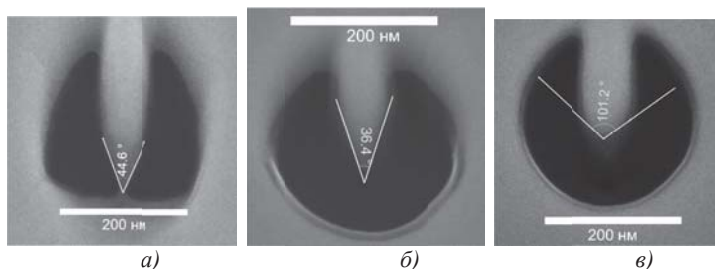


Рис. 2. РЭМ изображения наноструктур с центральными элементами, имеющими разные углы раствора: а) 36°; б) 45°; в) 101°;

Наноструктуры изготовлены на установке Helios Nanolab 650. Авторы благодарны НИЦ КИ и, в частности, А.Л. Васильеву за предоставленное оборудование. Результаты получены в ходе выполнения проектов РНФ (проект №14-12-00416) и Программы РАН №1.

1. *M.V. Gorkunov, A.A. Ezhov, V.V. Artemov, O.Y. Rogov, and S.G. Yudin. Appl. Phys. Lett. 2014, 104, 221102.*
2. *K. Dietrich, C. Menzel, D. Lehr, O. Puffky, U. Hübner, T. Pertsch, A. Tünnermann and E.-B. Kley. Appl. Phys. Lett. 2014, 104, 193107*
3. *P. N. Melentiev, A. E. Afanasiev, A. A. Kuzin, A. S. Baturin, and V. I. Balykin, Opt. Express 2013, Vol. 21, No. 12*
4. *N. Melentiev, A. E. Afanasiev, A. A. Kuzin, A. S. Baturin, and V. I. Balykin, Opt. Letters 2013, Vol. 38, No. 13*

Использование моделей спектров вторичной рентгеновской флуоресценции для определения условий измерений в рентгеноспектральных методах анализа вещества

А.В. Романов^{1,2}, М.А. Степович¹, М.Н. Филиппов³

1 КГУ им.К.Э. Циолковского, Калуга, Россия

2 МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

3 Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия

Определение состава вещества в рентгенофлуоресцентном анализе вещества (РФА) проводится с использованием градуировочных характеристик (зависимости между содержанием элемента и интенсивностью флуоресцентного сигнала), построенных на этапе разработки методики анализа. При этом основной проблемой количественного РФА является необходимость использования для построения градуировочной характеристики образцов известного, причем близкого к изучаемому веществу, состава — адекватных образцов сравнения (АОС).

В массовых анализах определенного класса объектов, для которых разработана соответствующая методика и имеются АОС, время РФА составляет 1 – 5 минут. В случае, когда возникает задача количественного анализа единичного образца, разработка методики такого анализа может занять от нескольких дней до нескольких недель. Поскольку при анализе вещества неизвестного состава изготовление комплекта АОС неоправданно, то особое значение приобретают способы расчётной коррекции различий в составе исследуемого образца и АОС.

Основная сложность анализа единичных образцов заключается в выборе условий проведения эксперимента с учётом реальных характеристик спектрометра и корректном учёте матричных эффектов (поглощение первичного и флуоресцентного излучений, вторичное возбуждения флуоресценции определяемых элементов флуоресцентным излучением присутствующих в исследуемом образце других элементов и т.п.), учёте возможных наложений спектральных линий, выборе режима работы рентгеновской трубки и пр.

Учёт априорной информации о физических и химических характеристиках объекта анализа, особенностей взаимодействия рентгеновского излучения с веществом и параметров измерительной аппаратуры на этапе разработки методики позволяет сократить время на разработку методики в количественном РФА вещества произвольного состава, существенно упростив решение задачи выбора областей спектра для проведения измерений,

сократить время проведения эксперимента и увеличить объем получаемой полезной информации.

Определение оптимальных условий проведения измерений проводится на основе метода математического моделирования. В построенной модели учтены основные матричные эффекты, а также факторы, связанные с особенностями измерительной аппаратуры. Произведена оценка их вклада в формирование фонового излучения и интенсивность линий характеристического рентгеновского излучения.

Использование разработанной модели позволяет упростить этап разработки методики измерений в рентгенофлуоресцентном анализе за счёт :

- предварительных вычислительных экспериментов, позволяющих визуально определить положения линий характеристического рентгеновского излучения (ХРИ), их взаимное наложение;
- использования расчетных данных о распределении первичного рентгеновского излучения, положениях и величинах скачков поглощения излучения как отдельными элементами, так и веществом в целом;
- предварительной оценки распределения интенсивности вторичного излучения.

Это позволяет определять точки измерения линий ХРИ и фонового излучения, напряжение и силу тока в рентгеновской трубке, набор кристаллов-анализаторов, время регистрации квантов вторичного излучения для измерений с заданной точностью.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания (проект № 1416), а также Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. Романов А.В., Степович М.А., Филиппов М.Н. Модель процесса генерации спектров вторичной флуоресценции конденсированного вещества. — Прикладная физика. 2014. № 6. С.16-19.
2. Романов А.В. Дис. ... канд. физ.-мат. наук. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2008. 125 с.1. *K.T. Ramakrishna Reddy, N. Koteswara Reddy, R.W. Miles. Solar Energy Materials & Solar Cells, (2006), 90, 3041–3046.*

Моделирование прямоугольных углублений, формируемых фокусированным ионным пучком

А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград

Метод фокусированного ионного пучка (ФИП), основанный на сканировании по образцу остросфокусированного зонда, как правило, ионов галлия с энергией до 30 кэВ, позволяет локально и прецизионно распылять материал с его поверхности.

Одной из типичных задач, выполняемых с применением ФИП, является формирование прямоугольных углублений, размер которых во много раз превышает диаметр пучка. Для этой цели обычно выбираются стандартные шаблоны распыления, при использовании которых шаг пучка при сканировании и время остановки в каждой точке не меняются. Предполагая, что плотность тока ионного пучка описывается функцией Гаусса, процесс распыления при его сканировании вдоль прямой описывается выражением

$$g(x) = C \sum_{j=\frac{N-I}{2}}^{\frac{N-1}{2}} \exp\left(-\frac{(x - ja)^2}{2\sigma^2}\right), \quad (1)$$

где $C = ItY / 2\pi\sigma^2 ne$, σ – стандартное отклонение пучка, a – шаг пучка, Y – коэффициент распыления, t – время выдержки пучка в точке, e – элементарный заряд, I – сила тока, n – концентрация атомов в подложке, N – число остановок пучка.

Распыленный рельеф в этом случае представляет собой углубление, форму которого удобно описывать с помощью двух параметров: средней глубины h и шероховатости R , представляющей собой разность между максимальным и минимальным значениями глубины его дна. Обычно суммирование в (1) выполняется численно. Проведенная в [1] оценка показала, что при травлении узких канавок и углублений с плоским дном величина шероховатости пренебрежимо мала, если $a/\sigma \leq 1.5$. Недостатком численного анализа формулы (1) является необходимость проведения новых вычислений при каждом изменении параметров процесса.

В данной работе на основе аналитического анализа (1) получено выражение, позволяющее оценить глубину ямы и шероховатость ее дна.

Рассмотрение суммы (1) проводилось с помощью преобразования Фурье и поиска приближения для полученной в результате функции, которое позволяет выполнить обратный переход в прямое пространство.

Окончательная формула для профиля центральной области углубления на большом расстоянии от краев имеет вид

$$g^*(x) = \frac{C\sqrt{2\pi\sigma^2}}{a} \left(1 + 2 \sum_{l=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{2\sigma^2\pi^2 l^2}{a^2}\right) \cos\left(\frac{2\pi l}{a} x\right) \right). \quad (2)$$

Из нее можно получить выражения с хорошей точностью определяющие глубину и шероховатость в большинстве практически важных случаев

$$h = C\sqrt{2\pi\sigma}/a, \quad R = (4\sqrt{2\pi}\sigma C/a) \exp(-2\pi^2\sigma^2/a^2). \quad (3)$$

На рис. 1 показаны три углубления с реалистично выбранными параметрами: $L=600$ нм, $d=27$ нм, $C=200, 200, 100$ нм, $a=27, 63, 189$ нм, $N=23, 11, 3$, а отношение a/σ соответственно равны 1, 2.33, 7. В каждом из этих случаев дно углубления имеет характерный рельеф: плоская поверхность, волнообразная поверхность с длиной волны равной шагу пучка, отдельные периодически расположенные углубления. Значения их глубин, полученные по формуле (3), изображены штриховыми линиями.

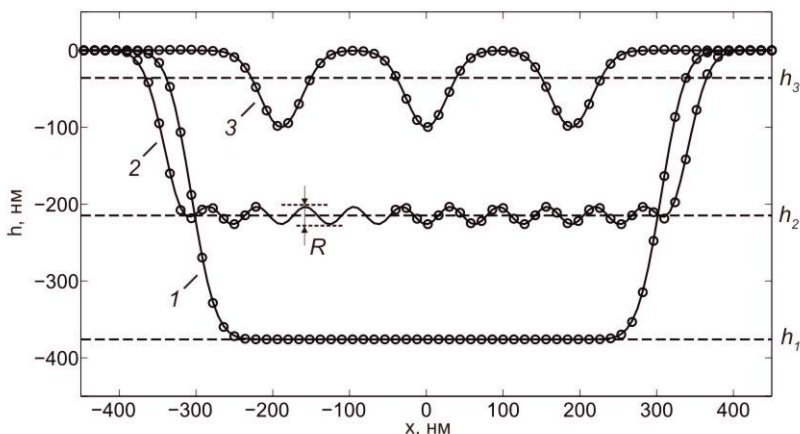


Рис.1 Профили углублений, полученные на основе аналитической формулы (2) (сплошная линия) и численным суммированием выражения (1) (символьная линия). Кривая 1 соответствует отношению $a/\sigma = 1$, кривая 2 — $a/\sigma = 2.33$, кривая 3 — $a/\sigma = 7$. Для кривой 2 показана величина шероховатости R .

Таким образом, на основе полученного аналитического выражения, описывающего профиль формируемых ионным пучком прямоугольных углублений, найдены простые соотношения для оценки с высокой точностью их наиболее важных параметров: глубины и шероховатости.

1. Tseng A. A. J. Micromech. Microeng., 2004, 14, R15-R31.

Автоэмиссионные катоды на основе углеродных нанотрубок и металлических нанозондов

Русяев Н.Н. Галимзянов Д.А.

1 Казанский Национально-Исследовательский Университет имени А.Н. Туполева, 420111, Россия, Казань, ул. Карла Маркса 31/7

Автоэмиссионные устройства могут применяться в различных электронных приборах, использующих высокоинтенсивный электронный зонд малого диаметра. В промышленных электронных микроскопах известно использование острижных вольфрамовых автоэмиссионных катодов, имеющих радиус эмитирующего острия 0,01 мкм и менее. Как следствие уменьшение радиуса острия эмитирующего катода имеет прямую зависимость к увеличению разрешающей способности электронного микроскопа.

При рассмотрении реализации и выходных параметров полученной модели катода на основе нанотрубок были проведены сравнения с металлическими катодами - иглами (Au, Ag), а также разработана методика по их модификации и фиксации к вольфрамовому держателю – проволоки.

Традиционно считается, что источником автоэлектронной эмиссии как для металлической иглы, так и для нанотрубок служит головка трубки или кончик иглы, в окрестности которой напряжённость поля максимальна. Однако эмитирует и боковая поверхность — хоть плотность тока на ней ниже, зато площадь намного больше. Поэтому в данной работе была поставлена задача реализации математической модели и структуры конусообразной нанотрубки с последующим её анализом, как элемента эмиссии электронов. А именно, как эмиссия зависит от хиральности, диаметра, дефектов и изгибов поверхности однослойных и многослойных нанотрубок.

1. *Kuznetsov A., Lee S. B., Zhang M., Baughman R. H. et al. // Carbon. 2010. Vol. 48. P. 41.*
2. *Глухова О. Е. // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 7. С. 8.*



О возможности использования модифицированного метода наименьших квадратов для расчета пространственного распределения неосновных носителей заряда, генерированных электронным зондом в полупроводнике

Е.В. Серегина¹, М.А. Степович², А.М. Макаренков¹

¹ Калужский филиал ФГБОУ ВПО Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана, ул. Баженова, д. 4, Калуга, 248600, Россия

² ФГБОУ ВПО Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, Калуга, 248023, Россия

Для количественного описания явления диффузии неравновесных неосновных носителей заряда (ННЗ), генерированных в полупроводнике электронным зондом, обычно используется т.н. модель независимых источников, согласно которой на диффузию неравновесных ННЗ из любого микрообъема полупроводника не оказывают влияния другие электроны или дырки из других микрообластей материала. Математически это выражается в том, что сначала решается уравнение диффузии для каждого из точечных источников ННЗ, после чего посредством интегрирования по объему, занимаемому источниками ННЗ, находится распределение ННЗ в полупроводнике в результате их диффузии. Идея такого подхода заимствована из классической работы [1] и использовалась нами в задачах математического моделирования стохастического одномерного распределения ННЗ в однородных полупроводниковых материалах [2, 3]. Эта модель успешно использовалась также для количественного описания процессов диффузии ННЗ в неоднородных и многослойных планарных структурах. Так, в работе [4] при использовании модели независимых источников было получено аналитическое выражение для расчета распределения ННЗ, генерированных широким электронным пучком в структуре типа “эпитаксиальная пленка-подложка”, созданной на базе одного и того же полупроводникового материала. В этом случае процесс рассеяния электронов пучка в структуре можно описывать как для однородной мишени, после чего рассматривать диффузию генерированных ННЗ отдельно в первом материале (пленке) и втором материале (подложке). Расчеты проводились для параметров, характерных для полупроводниковой структуры “эпитаксиальная пленка GaAs-монокристаллическая подложка GaAs” с разным (но одинаковым внутри каждого из материалов) уровнем легирования примесями – в этом

случае электрофизические параметры (диффузионная длина и др.) в каждом материале различны, а на границе раздела “пленка-подложка” имеют разрыв первого рода.

В настоящей работе предлагается использовать эту модель для описания пространственного распределения ННЗ, генерированных электронным зондом в полупроводниковых материалах с использованием модифицированного проекционного метода наименьших квадратов (МНК – см. [5, 6]). Исходная задача решается в цилиндрической системе координат, и искомое распределение находится в виде частичной суммы двойного ряда Фурье по системе модифицированных функций Лагерра.

Затраты машинного времени для получения искомого распределения ННЗ в кремнии, арсениде галлия и теллуриде кадмия с использованием модификации проекционного метода МНК с приемлемой точностью оказались значительно меньше по сравнению с методом, основанным на использовании функций Грина [1], что говорит о вычислительной эффективности этого метода.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания (проект № 1416), а также Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. *W. Van Roosbroeck* J. Appl. Phys., 1955, 26, 1, 380-387.
2. *Е.В. Серегина, А.М. Макаренков, М.А. Степович* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2009, 6, 80-95.
3. *Е.В. Серегина, А.М. Макаренков, М.А. Степович* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, 4, 47-55.
4. *М. А. Степович, М. Г. Снопина, А. Г. Хохлов* Прикладная физика, 2004, 3, 61-65.
5. *Лалин С.В., Егунов Н.Д.*, Теория матричных операторов и ее приложение к задачам автоматического управления, М., МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1997.
6. *Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, 11, 65-69.

Исследования InAlAs/InGaAs/InAlAs HEMT-гетероструктур на подложках InP методами просвечивающей растровой электронной микроскопии

И. Н. Трунькин¹, М. Ю. Пресняков¹, Г. Б. Галиев³, Е. А. Климов³,
П. П. Мальцев³, С. С. Пушкарёв³, А. Л. Васильев^{1,2}.

¹ Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва

² Институт кристаллографии РАН, Москва

³ Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН, Москва
E-mail: a.vasiliev56@gmail.com

Применение высокоразрешающей просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) с коррекцией сферической aberrации пробы и использованием высокоуглового кольцевого детектора рассеянных электронов благодаря Z-контрасту, позволяет с суб-ангстремным разрешением определять структурные параметры нанобъектов, в том числе нанослоев, и оценивать их состав. Один из объектов в этом ряду - гетероструктуры на основе InAlAs/InGaAs/InAlAs, которые представляют собой основу формирования рекордно быстрых транзисторов [1]. Определение морфологических характеристик гетероструктур необходимо для сопоставления структурных и электрофизических свойств, так, например, морфология границ раздела связана с рассеянием и подвижностью электронов. В настоящей работе представлены методы определения микроструктуры границ раздела в ряде гетеросистем на основе InAlAs/InGaAs/InAlAs.

Исследования проводились в ПРЭМ TITAN 80–300 (FEI, США) с корректором сферической aberrации зонда в режиме темного поля с использованием высокоуглового кольцевого детектора рассеянных электронов, а обработка изображений - с помощью программного обеспечения Digital Micrograph (Gatan, США) и TIA (FEI, США).

На **Рис. 1 (а)** представлено типичное темнопольное высокоугловое ПРЭМ-изображение поперечного среза гетероструктуры, на котором различаются все слои образца: буферный слой InAlAs, квантовая яма (КЯ) InGaAs со вставкой InAs, барьерный слой InAlAs и верхний защитный слой InGaAs. Подробное изображение КЯ с атомным разрешением представлено на **Рис. 1. (б)**. Благодаря Z-контрасту, становится возможным построить интегральный профиль интенсивности сигнала (**Рис.1 в**) и по этим данным оценить морфологические и структурные особенности гетеросистемы, сравнить их с заданными параметрами и электрофизическими характеристиками.

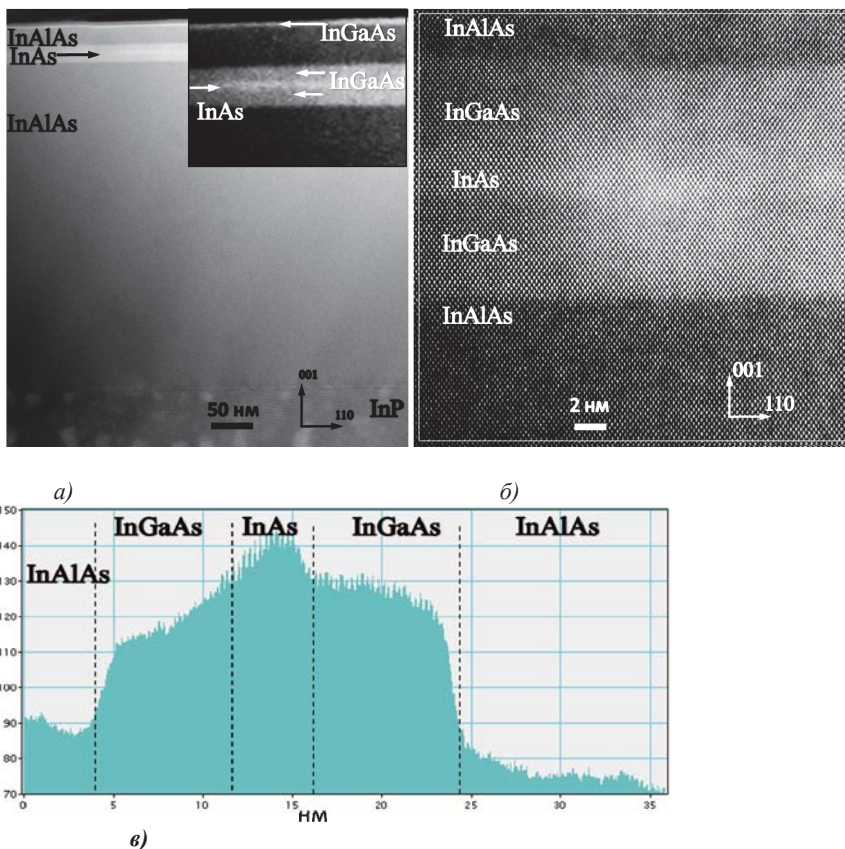


Рис. 1. Темнопольное высокоугловое ПРЭМ-изображения исследуемого образца: а) – общий вид, б) – область КЯ, в) – Интегральный профиль интенсивности сигнала, соответствующий ПРЭМ-изображению области КЯ.

Проведенные исследования позволили определить зависимости морфологии гетероструктур от условий роста, сопоставить электрофизические параметры с микроструктурой. Была определена оптимальная толщина нановставок в КЯ, обеспечивающая максимальную подвижность электронов. Как оказалось, качество гетерограниц КЯ не оказывает доминирующего влияния на подвижность электронов для исследованных гетеросистем [2].

1. Dae-Hyun Kim, Jesus A. del Alamo. *IEEE Electron. Dev. Lett.* 31, 806 (2010).
2. Г. Б. Галиев, А. Л. Васильев, Р. М. Имамов, Е. А. Климов, П. П. Мальцев, С. С. Пушкарьев, М. Ю. Пресняков, И. Н. Трунькин/ *КРИСТАЛЛОГРАФИЯ*, 2014, том 59, № 6, с. 990–998.

Структурные изменения аморфных сплавов системы Fe-Cu-Nb-Si-B (FINEMET) при изотермическом отжиге

А.Н. Федоренц, Е.Б. Модин, А.В. Дубинец, Е.В. Пустовалов, В.С. Плотников

*ФГАОУ ВПО «Дальневосточный федеральный университет»,
690950, г. Владивосток, ул. Суханова 8, Россия*

Физические и химические свойства аморфных и кристаллических материалов аналогичного состава очень сильно различаются. Однако не всегда эти сплавы обладают необходимыми параметрами, и здесь необходимо третье, промежуточное состояние твердого вещества – аморфное нанокристаллическое. Некоторые сплавы уже при получении обладают двойственной структурой, другие можно привести к этому состоянию из аморфной фазы, подвергая металл различным внешним воздействиям. Самым простым является термическое воздействие.

В данной работе был исследован аморфный сплав $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{16}\text{B}_6$ (Finemet) при изотермическом отжиге вблизи температуры первой стадии кристаллизации [1]. Отжиг образцов проводился в вакууме $5 \cdot 10^{-5}$ Торр при температурах 500 и 600 °С в течение одного часа. Исходная поверхность образца представляла собой типичную для быстрозакаленных лент картину без признаков кристаллизации, флуктуаций плотности и химического состава материала.

Отжиг при температуре 500 °С, т.е. ниже температуры начала первой стадии кристаллизации сплава, приводит к образованию на поверхности кристаллов размером 100-200 нм, рисунок 1а. Проведенный EDX-анализ показал наличие большого количества меди в образовавшихся нанокристаллах, в то время как количество остальных элементов уменьшается, рисунок 2а. В объеме материала наблюдается рост нанокристаллов размером 5-10 нм, рисунок 2б.

Повышение температуры отжига до 600 °С, т.е. после первой стадии кристаллизации сплава, приводит к выделению на поверхности большого количества кристаллов меди различного размера, от 5 до 200 нанометров. Кристаллы на поверхности распределены равномерно, без видимого порядка, рисунок 1б.

Дифракционная картина, рисунок 2б (на врезке), позволяет сделать вывод о том, что при отжиге происходит рост нанокристаллов фазы $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, окруженных аморфной матрицей [2]. При температуре 500 °С площадь кристаллической фазы на изображении составляет 73 %, аморфной – 27 %. При данных параметрах термической обработки формируются кристаллы

средним размером около 9 нм, окруженные аморфной матрицей толщиной 1-5 нм. При температуре 600 °С сплав полностью кристаллизуется и аморфная граница между нанокристаллами отсутствует.

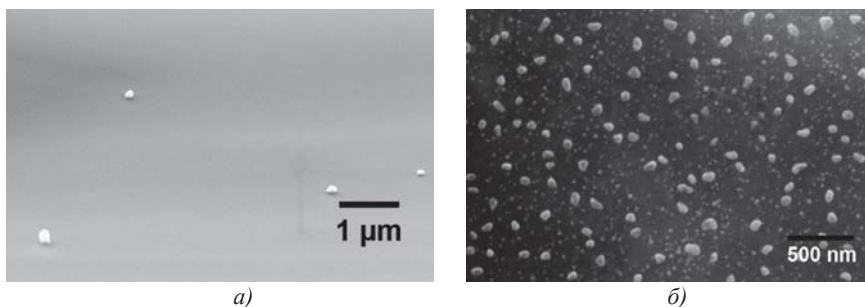


Рис. 1. Изображения ленты сплава Finemet после отжига: а) отжиг при температуре 500 °С; б) отжиг при температуре 600 °С.

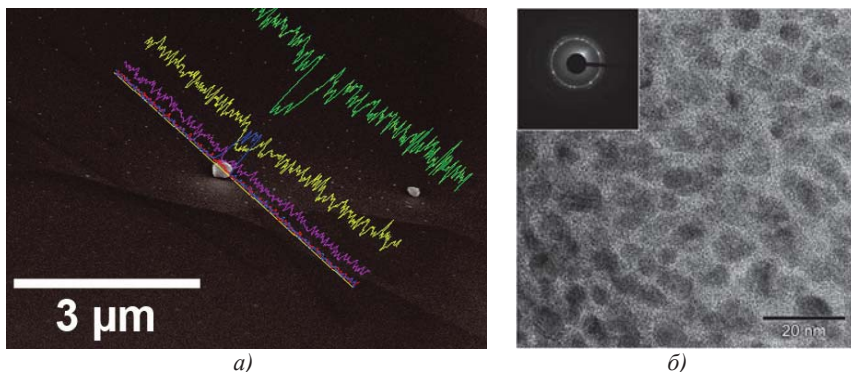


Рис. 2. Изображения ленты сплава Finemet после отжига при температуре 500 °С: а) наложение результатов EDX-анализа (Fe - зеленый, Si - желтый, Cu - синий, Nb - фиолетовый); б) ПЭМ изображение структуры сплава.

Работа выполнена при поддержке "Научного фонда" ДВФУ, проекта РФФИ №15-02-06545 А и госзадания №559.

1. *A. Gupta*. Proceedings of the Indian National Science Academy, (2001), 67, 31-46.
2. *C.A.C. Sousa, C.S. Kiminami*. Journal of Non-Crystalline Solids, (1997), 219, 155-159.

К вопросу об определении диффузионной длины и рекомбинационной активности границ зерен в кремнии с помощью LBIC и EBIC методов

Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Методы индуцированного электронным (EBIC) и оптическим (LBIC) пучком тока широко используются для изучения рекомбинационной активности протяженных дефектов в кремнии и структурах на его основе. Эти методы позволяют не только выявлять электрически активные дефекты, но и оценивать рекомбинационную активность дефекта (обычно скорость рекомбинации V_s для границы зерна) и диффузионную длину L неосновных носителей в образце. Эти величины могут быть определены в результате подгонки модельного профиля наведенного тока и экспериментально измеренного.

Однако при исследовании EBIC методом электронный пучок проникает в образец неглубоко (на глубину порядка нескольких микрон для электронов энергии 20-30 кэВ). Поэтому для образцов с большой диффузионной длиной профиль наведенного тока слабо зависит от L , что приводит к большой погрешности при определении этой величины. От этого недостатка свободен LBIC метод [1], для которого глубина проникновения излучения в образец обычно велика. Поэтому в [2] было предложено метод LBIC использовать вместе с EBIC, и определять V_s и L как значения, при которых минимума достигает полусумма невязок для двух методов.

Также в [2] было показано, что для EBIC и LBIC методов изолинии функций-невязок, рассчитанных в пространстве параметров $\{L, V_s, \sigma\}$ (σ – ширина оптического пучка) обычно имеют форму, отличающуюся от сферической, и сильно вытянуты. Поэтому наиболее надежным способом определения положения минимума и оценки погрешности искомых параметров является расчет трехмерного массива значений невязки (при этом минимум ищется перебором элементов массива). Этот подход требует модифицировать алгоритм расчета профилей контраста таким образом, чтобы моделирование одного профиля занимало не более нескольких секунд.

Для расчета контраста от границ зерен использовалась модель формирования наведенного тока, описанная в [2-3]. В работе приведены упрощенные выражения для расчета EBIC и LBIC контраста, использо-

вание которых позволяет существенно снизить время, затрачиваемое на моделирование одного профиля. Также представлены результаты определения характеристик $\{L, V_s, \sigma\}$ с помощью EVIC и LBIC методов. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ грант № 13-02-00021-А.

1. *В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов.* ФТП, 2015, 49, 737–740.
2. *Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов, М.В. Чукалина, Д.П. Николаев.* ФТП, 2015, 49, 758-762.
3. *Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов, М.В. Григорьев, Р.Р. Фахртдинов, В.А. Бушуев.* Письма в ЖТФ, 2012, 38, 1-7.

Дисперсионный магнитный анализатор для спектроскопии энергии электронов

А.Д. Шабрин¹, А.В. Ляликов¹, Б.Н. Васичев², В.П. Бегучев³, И.Д. Бурлаков³

1 ОАО «НПО «Орион», 111123, г. Москва, Шоссе Энтузиастов, 46/2, Россия

2 РЭУ им. Г.В. Плеханова, 117997, г. Москва, Стремянный переулок, 36, Россия

3 МГТУ МИРЭА, 119454, г. Москва, Проспект Вернадского, 78, Россия

Для диагностики и исследования распределения электронных состояний по энергиям в конденсированных системах необходима реализация проектов по разработке и внедрению в производство нанотехнологий и разработка соответствующего технологического оборудования. Исследования распределения электронных состояний по энергиям в конденсированных системах можно проводить методами рентгеновской спектроскопии, фотоэлектронной спектроскопии, и ионно-нейтрализационной спектроскопии (изучение распределения по кинетическим энергиям электронов, вырванных из образца ионами благородных газов). Наибольшие возможности заложены в методах электронной и рентгеновской спектроскопии.

При создании первых аналитических электронных микроскопов, названных «Электронные микроскопы-микроанализаторы» (ЭММА), стало ясно, что микроанализ тонких плёнок толщиной 100-2000 Å на наличие в них лёгких элементов (*Be, B, C, N, O*) затруднён из-за низкой интенсивности рентгеновских аналитических линий, возбуждаемых тонко сфокусированным электронным пучком и низкой эффективности их регистрации существующими спектрометрами.

В связи с этим приступили к разработке ЭММА, оснащаемых электронными анализаторами. Метод, основанный на получении и анализе спектров электронов, терявших часть энергии при взаимодействии с атомами в молекулах и твёрдых телах при облучении их тонко сфокусированным монохроматическим пучком электронов, был назван методом анализа характеристических потерь энергии электронами (ХПЭЭ) [1]. Характерной чертой метода ХПЭЭ является высокая разрешающая способность по энергиям (0,05-0,1 эВ), в то время как при регистрации рентгеновских лучей она составляет единицы эВ.

На многочисленных примерах анализа методом ХПЭЭ как простых, так и сложных молекул было выявлено, что интенсивность характеристических линий электронных спектров пропорциональна количеству атомов элемента в одинаковых молекулах. Метод ХПЭЭ позволяет определять в молекулах сложных органических соединений не только число атомов, но и харак-

тер химической связи с другими молекулами. Это позволило использовать метод ХПЭЭ для исследования органических, металло-органических и гетерогенных полупроводниковых соединений.

Целью настоящей работы является выявление оптимального значения конструкционных параметров электронного спектрометра с дисперсионным магнитным анализатором методом компьютерного моделирования и разработка конструкции диспергирующего магнита высокого разрешения для оснащения аналитических электронных микроскопов с ускоряющим напряжением от 100 до 300 кВ.

Результаты моделирования позволили выявить оптимальные конструктивные параметры электронного спектрометра с дисперсионным магнитным анализатором ХПЭЭ, для работы с ускоряющими напряжениями электронного микроскопа 100, 200, 300 кВ. Исследовалось влияние конструктивных параметров на разрешающую способность спектрометра, дисперсию и размер областей от следов электронов на плоскости детектора. Используя полученные результаты, был спроектирован и исследован диспергирующий магнит спектрометра потерь энергий электронов. Разрешающая способность спроектированного спектрометра составляет (при потере энергии 2 кэВ) 0,05 эВ для ускоряющего напряжения 200 кВ и 300 кВ, а для 100 кВ – 0,175 эВ; дисперсия (расстояние между крайними точками соседних, не перекрывающих друг друга следов электронов на плоскости детектора) составляет 0,0049 мм (для ускоряющих напряжений 200 и 300 кВ). Значения разрешающей способности для ускоряющих напряжений в 100 кВ и 200 и 300 кВ отличаются, так как оптимальная длина выходного отрезка для электронов, ускоренных разностью потенциалов в 100 и 300 кВ различается. Поэтому система регистрации оснащается подвижным механизмом, регулирующим положение детектора по высоте при работе с разными ускоряющими напряжениями.

1. *Б.Н. Васичев.* Электронно-зондовый микроанализ тонких плёнок. -М. Изд. «Металлургия». 1977.
2. *К. Зигбан и др.* Электронная спектроскопия. -М. Изд. «Мир». 1971.

Влияние облучения в РЭМ на дефекты упаковки в 4H-SiC

Е.Б. Якимов

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Дефекты упаковки в 4H-SiC достаточно легко образуются в процессе работе мощных приборов путем стимулированного инжекцией электронов скольжения частичных дислокаций. Поскольку этот процесс приводит к деградации параметров приборов, его исследование привлекает большое внимание. Показано, что образующиеся в таких условиях дефекты упаковки являются однослойными дефектами упаковки типа Шокли (1SSF), и большинство исследователей считает, что они образуются за счет скольжения $30^\circ\text{Si}(g)$ частичных дислокаций. Такие же дефекты формируются и при облучении SiC интенсивным электронным или оптическим пучком при комнатной температуре, т.е. наблюдается рекомбинационно-ускоренное скольжение дислокаций. Пластическая деформация кристаллов при температуре 500-700°C также приводит к введению дефектов упаковки, однако в этом случае подавляющее большинство дефектов является двухслойными дефектами упаковки типа Шокли (2SSF), образующимися при скольжении пары частичных $30^\circ\text{Si}(g)$ дислокаций в соседних плоскостях скольжения. Для прояснения причин такого различия в настоящей работе исследовано влияние облучения в РЭМ на дислокации и дефекты упаковки, введенные в процессе пластической деформации.

Поскольку спектр излучения разных типов дефектов упаковки хорошо известен, в настоящей работе дефекты упаковки идентифицировались методом катодolumинесценции (КЛ). Исследования проводились в растровом электронном микроскопе JSM-6490 (Jeol) при комнатной температуре, энергии и токе пучка 25 кэВ и 1-5 нА соответственно. В настоящей работе проведены исследования дефектов упаковки, введенных пластической деформацией изгибом при 550°C в сильно легированные кристаллы 4H-SiC. Источником дислокаций служила царапина, нанесенная на поверхность образца. В таких условиях деформация происходит за счет введения и движения частичных дислокаций, причем 2SSFs формируются и расширяются преимущественно с одной стороны от царапины. В режиме КЛ обнаруживаются два типа дефектов упаковки, которым соответствует излучение с длиной волны 422 и 504 нм [1-3]. Близкие полосы излучения наблюдались и ранее, и они приписываются 1SSFs и 2SSFs соответственно. 1SSFs распространяются на расстояние, не превышающее 100 мкм от царапины, а длина 2SSFs достигала нескольких мм. Это указывает на то, что формиро-

вание 2SSFs энергетически более выгодно, чем формирование 1SSFs, хотя это и требует скольжения пары частичных дислокаций в соседних плоскостях скольжения, в то время как 1SSF формируется за счет скольжения одиночной частичной дислокации. Облучение проводилось в том же микроскопе при токе пучка до 100 нА.

Прежде всего, следует отметить, что облучение электронным пучком не приводило к изменению размеров введенных при деформации 2SSFs. Было выявлено только несколько 1SSFs, которые увеличивали размеры при облучении. Большинство 1SSFs не изменяла свои размеры при облучении, а образовывались новые 1SSFs. Поскольку дефект упаковки ограничен 30°Si , 90°Si , 30°C и 90°C частичными дислокациями, полученные результаты объясняются в предположении, что при повышенной температуре в процессе пластической деформации подвижными являются 30°Si и 90°Si дислокации, а при комнатной температуре подвижными в результате рекомбинационно-ускоренного скольжения становятся 30°C и 90°C частичные дислокации или только один тип из них.

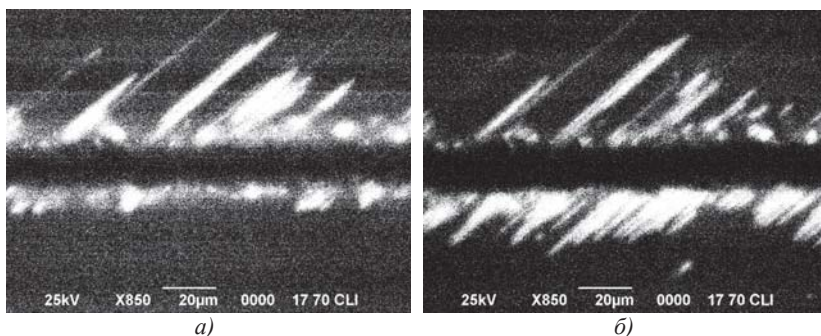


Рис. 1. КЛ изображения области вблизи царапины на длине волны 422 нм до облучения (а) и после облучения в течение 60 мин. при токе пучка 45 нА (b).

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (грант 14-29-04056).

1. E.B. Yakimov, G. Regula, B. Pichaud. J. Appl. Phys., (2013), 114, 084903.
2. G. Regula, M. Lancin, B. Pichaud, T. Neisius, R. Daineche, S. Juillaguet. Phil. Mag., (2013), 93, 1317-1325.
3. B. Pichaud, G. Regula, E.B. Yakimov. AIP Conf. Proc., (2014), 1583, 161-164.

III.

Сканирующая зондовая микроскопия и зондовая нанолитография

Исследование фазового состава и доменной структуры керамик $\text{Bi}_x\text{Fe}_{1-x}\text{O}_3$ методами микроскопии пьезоэлектрического отклика и дифракции обратно-рассеянных электронов

Д.О. Аликин¹, А.П. Турыгин¹, Д.С. Чезганов¹,
J.B. Walker², T. Rojac², В.Я. Шур¹, А.Л. Холкин^{1,3}.

¹ *Институт естественных наук УрФУ, г. Екатеринбург, Россия*

² *Electronic Ceramic Department, Jožef Stefan Institute, Ljubljana, Slovenia*

³ *Dept. Materials and Ceramics Eng. & CICECO, University of Aveiro, Aveiro, Portugal*

Феррит висмута, легированный самарием (Sm:BiFO_3), представляет собой бессвинцовый мультиферроик с отличными пьезоэлектрическими свойствами и рассматривается в качестве возможной замены цирконата-титаната свинца [1]. Значительное усиление пьезоэлектрических свойств достигается вблизи морфотропной фазовой границы при легировании самарием с концентрацией от 8 до 12%.

В работе исследовалось распределение фаз и доменная структура в объёмных керамических образцах с различной степенью легирования, изготовленных двумя способами, как твёрдый расплав и с использованием дополнительной механохимической активации.

Для исследования доменной структуры использовался оригинальная методика, основанная на применении сканирующей микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО) и дифракций обратно рассеянных электронов (ДОЭ). Методики реализовывались на базе зондовой НаноЛаборатории NTEGRA Aura, NT-MDT и рабочей станции Auriga Crossbeam, Carl Zeiss.

Анализ изображений, полученных СМПО, а также карт распределения фаз и ориентаций, полученных ДОЭ, позволил выявить наличие в керамиках трёх сосуществующих фаз: полярной R_{3C} , неполярной P_{nma} и антиполярной P_{bam} . Для обработки СМПО изображений использовался анализ гистограмм распределения пьезоэлектрического сигнала, который позволял оценить процентное содержание полярной фазы в керамиках [2]. Полученные значения близки к значениям, полученным методом рентгеновской дифракции при синтезе образцов.

Установлено, что механохимическая активация приводит к значительному уменьшению размеров зёрен и существенному увеличению доли полярной фазы. Показано, что в керамике, полученной с использованием механохимической активации, в зёрнах сосуществуют полярная и неполярная

фазы. Исследования доменной структуры показали, что увеличение концентрации самария приводит к заметному уменьшению размера доменов и формированию изолированных нанодоменов.

Анализ кинетики доменной структуры при переключении поляризации показал, что рост доменов в зернах керамики может быть описан в рамках моделей, предложенных для описания роста доменов в классических сегнетоэлектриках (LiNbO_3) [3]. Измерения локальных петель гистерезиса позволило установить наличие больших полей смещения. Установлено, что механохимическая активация уменьшает поля смещения, и облегчает переключение поляризации.

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ, при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (соглашение 14.594.21.0011, уникальный идентификатор RFMEFI59414X0011), РФФИ (13-02-01391-а, 14-02-31255-мол_а, 14-02-31864-мол_а) и при финансовой поддержке молодых ученых УрФУ.

1. *E. Aksel, J. L. Jones*. Sensors, 2010, 10, 1935-1942.
2. *D.O. Alikin, A.P. Turygin, J.B. Walker, T. Rojac, V.V. Shvartsman, V.Ya. Shur, A.L. Kholkin*, J. Appl. Phys., 2015 (in press).
3. *V.Ya. Shur, A.V. Ievlev, E.V. Nikolaeva, E.I. Shishkin, M.M. Neradovskiy*, J. Appl. Phys., 2015, 110, 052017.

Исследование морфологии рельефа нанопокрyтия серебра на слюде и измерение вольт-амперных характеристик

А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков, Е.А. Воронова, Н.В. Новожилов,
О.В. Михайлова

Тверской государственный университет, 17002, г. Тверь, Садовый пер. 35, Россия

Наночастицы серебра имеют уникальные электрические, термические и оптические свойства. Они используются в изготовлении электропроводящих красок, порошков и наполнителей. Кроме того, они обладают высокой электрической проводимостью, стабильностью и низкой температурой спекания. Наночастицы серебра также используются в молекулярной диагностике, фотонных устройствах, антимикробных покрытиях и т.д. [1]. В данной работе на нанотехнологическом комплексе «УМКА-02G» было проведено исследование нанопокрyтий серебра на диэлектрической подложке (слюда). Напыление покрyтия производилось с помощью вакуумной установки ВУП-4. Анализ рельефа нанопокрyтия серебра позволяет сопоставлять данные о режиме вакуумного напыления (плотности пучка, времени напыления и др.) и получаемом рельефе поверхности. Таким образом, возможно разработать технологию по «выращиванию» поверхности с заданной наноструктурой (см. рис. 1). Очевидно, что исследование именно таких структурных элементов нанопокрyтия представляет интерес с точки зрения обнаружения фрактальной структуры [2, 3], изучения размерных эффектов отдельных структурных элементов нанопокрyтия при изменении внешних факторов (способность к коалесценции, поверхностные свойства, температура плавления), а также имеет ярко выраженный технологический интерес [4]. Сканирующий туннельный микроскоп позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта зонд – поверхность в любой точке поверхности и исследовать локальные электрические свойства образца. СТМ позволяет исследовать не только морфологию поверхности образца, но и ее локальную электронную структуру. Получаемая из этих данных информация об электронной структуре образца может быть сильно искажена влиянием различных факторов, которые не всегда можно учесть. Нами было изучено влияния параметров туннельной системы на вид ВАХ на примере модельной системы острие (вольфрам) – образец (серебро на слюде). На рис. 2 приведены усредненные результаты измерений ВАХ. Анализ ВАХ показывает существование запрещенной зоны, которая свидетельствует о наличии оксидной плёнки на поверхности серебра, ширина которой составляет порядка 1 эВ.

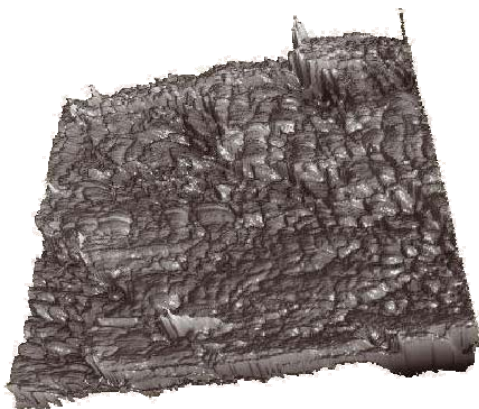


Рис. 1. 3-d изображение нанопокрyтия серебра на слюде, полученное с помощью сканирующего туннельного микроскопа (размер 545 нм x 545 нм).

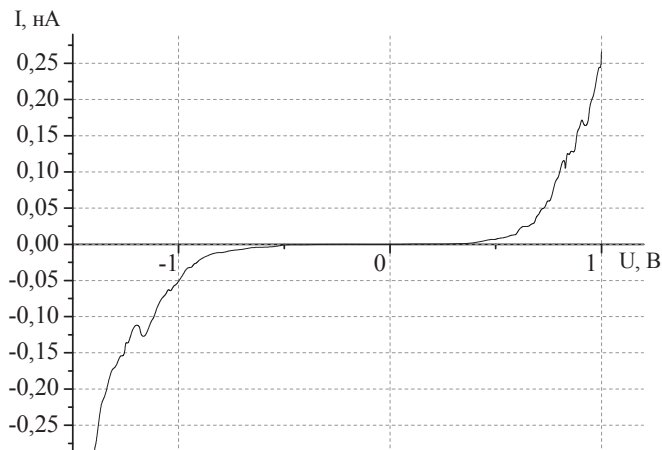


Рис.2. ВАХ туннельного контакта системы вольфрам – серебро на слюде.

1. <http://www.sigmaaldrich.com/materials-science/nanomaterials/silver-nanoparticles.html>
2. Т.Ю. Зыков и др. КСМГ, (2009), 11 (4), 309-313.
3. Н.Ю. Сдобняков и др. Вестник ТвГУ, серия «Физика», (2009), 6, 112-119.
4. **Патент 2253704 Российская Федерация, МПК⁷ C25D 3/04.** Способ получения гальванических фрактальных покрытий хрома / Л.А. Битюцкая, Ю.В. Соколов; заявитель и патентообладатель ВГУ. – № 2003129754/02; опубл. 10.06.2005.

Зарядовые состояния поверхности сегнетомягких материалов

Е.В. Барабанова¹, О.В. Малышкина¹, Г.М. Акбаева²

¹ Тверской государственный университет,
170002, г. Тверь, Садовый пер. 35, Россия

² Южный федеральный университет,
344006, г. Ростов-на-Дону, ул. Б. Садовая, 105/42, Россия

Среди сегнетоэлектрических материалов особое место занимают сегнетомягкие материалы, которые имеют малые значения коэрцитивных полей, что позволяет легко их переключать. Это создает перспективы их применения в качестве материалов для запоминающих устройств. Объектом исследования выбран твердый раствор многокомпонентной системы на основе цирконата-титаната свинца, обладающий релаксорными свойствами.

Исследование поляризации поверхности образца проводилось методом силовой микроскопии пьезоотклика (PFM) на атомно-силовом микроскопе фирмы NT-MDT. Первичное изучение рельефа поверхности показало наличие на ней крупных дефектов (пор) (рис. 1,а). На снимках, отражающих сигнал пьезоотклика, отсутствует типичная для сегнетокерамики доменная структура (рис. 1, б), что является характерным для сегнетоэлектриков-релаксоров. Но вместе с тем наблюдаются области разного контраста в виде пятен произвольной формы и размера. Их отличительной особенностью является тот факт, то они привязаны к дефектам поверхности (рис.1, а, б).

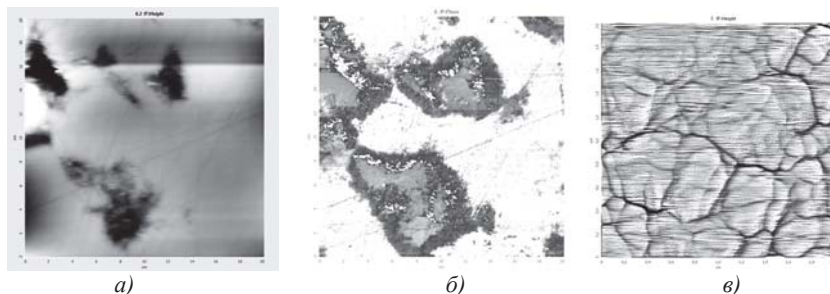


Рис. 1. Изображения а) рельефа поверхности (размер 20X20 мкм) и б) сигнала Phase PFM перпендикулярно плоскости сканирования до полировки (размер 20X20 мкм); в) рельеф поверхности после травления (размер 2X2 мкм).

Необходимо отметить, что эти области обладают способностью поляризоваться во внешнем электрическом поле: после приложения постоянного напряжения к образцу происходит изменение контраста получаемого изоб-

ражения. Травление поверхности выявило наличие мелкодисперсной микроструктуры (рис. 1, в): размер зерен составляет порядка 100-300 нм, что значительно меньше размера «пятен» на поверхности.

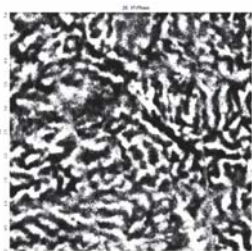


Рис. 2. Сигнал Phase PFM перпендикулярно плоскости сканирования после полировки (размер 5X5 мкм).

Для улучшения качества поверхности и удаления с нее крупных дефектов была произведена полировка. Наблюдаемая картина для сигнала пьезоотклика кардинально поменялась. Вместе с дефектами исчезли и «пятна», но появилась мелкая лабиринтообразная структура (рис. 2), которую можно отождествить с доменной структурой. Таким образом, механическое воздействие в процессе полировки поверхности приводит к индiciрованию доменной структуры. Интересно отметить, что после травления полированной поверхности доменная структура не наблюдается, что свидетельствует о том, что в результате полировки доменная структура возникает только в тонком приповерхностном слое.

Результаты работы получены в рамках выполнения проектной части государственного задания Минобрнауки РФ.

Атомно-силовая микроскопия пленок фуллерит-алюминий, подвергнутых термическому воздействию

Л.В. Баран

Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск, Беларусь

Методы сканирующей зондовой микроскопии широко используются для характеристики структуры и свойств различных наноматериалов. Большой научный и практический интерес вызывает получение новых композитов на основе алюминия и углеродных фаз [1-3] ввиду широкого использования алюминиевых сплавов в различных областях науки и техники. Допирование Al углеродными нанотрубками или фуллеренами приводит к улучшению механических свойств, и при этом снижается плотность нанокompозита по сравнению с алюминием.

Целью настоящей работы является исследование методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) изменений структуры и локальных механических свойств пленок фуллерит-алюминий с различной атомной долей металла, подвергнутых термическому отжигу в вакууме.

Пленки получены методом термического напыления в вакууме на установке «ВУП-5М» из совмещенного атомно-молекулярного потока атомов алюминия и молекул фуллерена C_{60} . В качестве подложек служили окисленные кремниевые пластины. Атомная доля металла варьировалась путем изменения скорости напыления алюминия при постоянной скорости осаждения C_{60} и составила 1, 5, 10, 40 и 50 ат.%. Термический отжиг образцов проводился в малоинерционной вакуумной печи при температурах 490, 550 и 620 К. Исследования структуры и локальных механических свойств проводились методом АСМ на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro (ЗАО «НТ-МДТ», г. Зеленоград, Россия).

Установлено, что свежеконденсированные пленки фуллерит-алюминий с различной атомной долей металла имеют гранулированную структуру, при этом размер гранул уменьшается с увеличением атомной доли алюминия от 50 нм при 1 ат.% Al до 10 нм при 50 ат.% Al (рис. 1).

Методом атомно-силовой микроскопии в режиме модуляции силы получено неравномерное распределение сигнала, пропорционального локальной жесткости приповерхностных слоев пленок, что свидетельствует о наличии разных фаз в образцах.

Термический отжиг пленок C_{60} -1 ат.% Al не приводит к заметному изменению размера структурных элементов, что свидетельствует о термической стабильности полученного нанокompозита. В пленках с большим содержа-

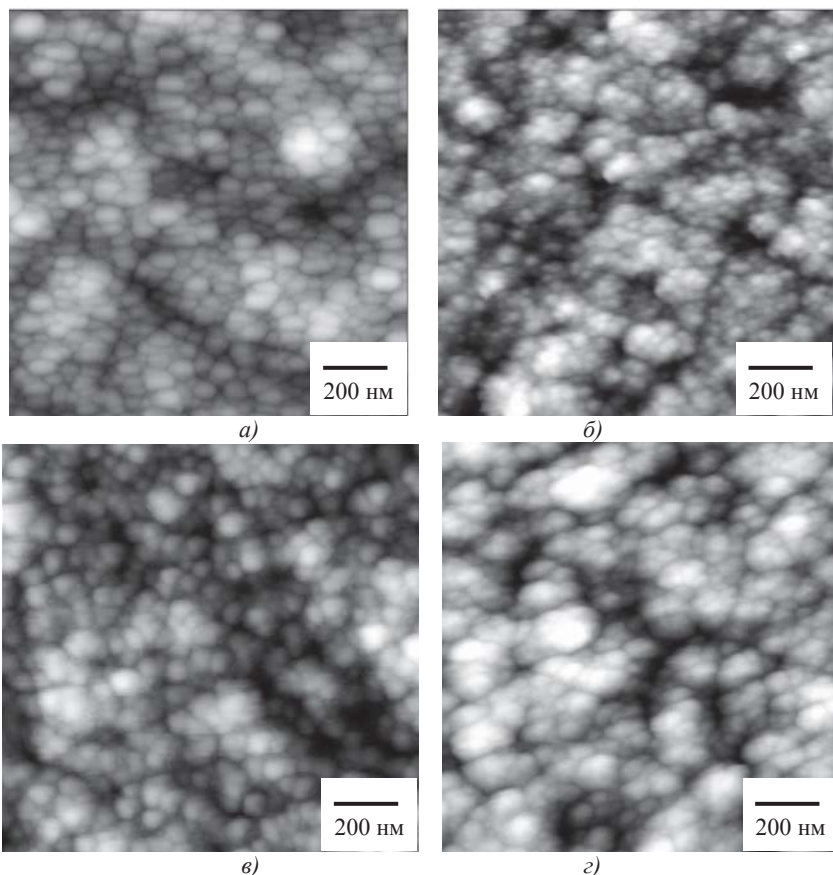


Рис. 1. АСМ-изображения пленок C_{60} -Al с различной атомной долей металла до отжига (а, б) и после отжига при $T=620$ К (в, г): а, в – 1 ат.% Al; б, г – 50 ат.% Al

нием алюминия (40-50 ат.%) после отжига при 620 К размер гранул увеличивается почти в два раза за счет протекания рекристаллизации, при этом механические свойства пленок становятся более однородными.

1. В.М. Прохоров, В.Д. Бланк, Г.И. Пивоваров, Л.Ф. Соловьева. Сб. научных трудов Международной научн. конф., Волгоград, 20-23 сентября, 2004 г., с. 124-126.
2. A. Borisova, M.S. Blanter, and V.A. Somenkov. Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics, 2014, 11, 1205–1208.
3. Yu.I. Golovin, V.M. Vasyukov, E.Yu. Isaeva, A.V. Kolmakov, R. A. Stolyarov, K.V. Tikhomirova, A. G. Tkachev, and A. V. Shuklinov. Russian Metallurgy (Metally), 2011, 4, 334–336.

Исследование пористой структуры материалов на основе кремния и диоксида кремния

А.О. Белорус¹, Е.В. Мараева¹, С.С. Налимова¹, Ю.М. Спивак¹

1 Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ», 197022, г. Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова 5, Россия

В настоящее время перспективным является направление, связанное с получением гибридных систем «пористые матрицы – квантовые точки». Для селективного отбора квантовых точек определенного размера можно использовать пористые подложки, которые играют роль избирательной матрицы, задающей размер люминесцирующих квантовых точек, и, соответственно, определённую длину излучения. Такие композитные материалы являются перспективными для создания солнечных батарей, фотодетекторов, находят применение в медицине.

В настоящей работе представлены результаты исследования слоев на основе диоксида кремния и диоксида олова [1, 2], полученных методом золь-гель технологии, слоев пористого кремния [3, 4], полученного методом электрохимического плавления, а также порошков соответствующего состава. Основной задачей было получение образцов пористых материалов с воспроизводимыми и технологически контролируемыми морфологией и распределением размеров пор. Исследование синтезированных материалов проводилось методами атомно-силовой микроскопии (Integra-Terna, NT-NDT) и методом тепловой десорбции азота (Sorbi, ЗАО «МЕТА»).

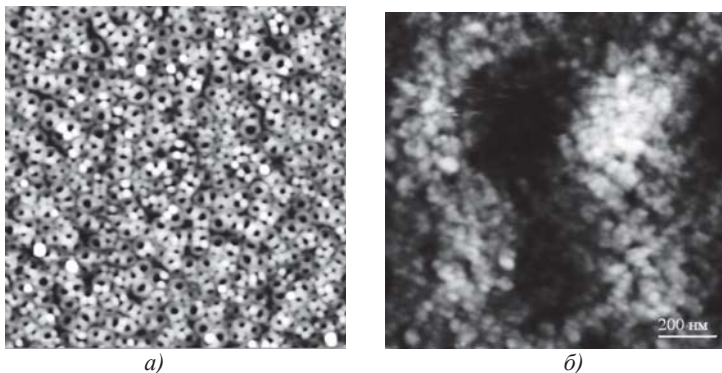


Рис. 1. АСМ-изображения (Integra-Terna, NT-NDT): а) композит 85% SiO_2 – 15% SnO_2 (размер области сканирования 10 мкм x 10 мкм); б) пористый кремний (размер области сканирования 1 мкм x 1 мкм)

Исследование поверхности методами атомно-силовой микроскопии проводилось на пористых слоях. Модельные эксперименты по исследованию процессов десорбции и капиллярной конденсации, а также изучению распределения пор по размерам, проводилось на порошках. Было установлено, что наибольшая доля пор в материалах на основе диоксида кремния приходится на поры размером 3-5, 5-20 нм, в пористом кремнии – на поры размеры менее 5 нм, и сделаны выводы о возможности введения квантовых точек на основе халькогенидов свинца, в которых проявляются квантово-размерные эффекты в указанном диапазоне.

Работа выполнялась в рамках проектной части госзадания Минобрнауки РФ № 16.2112.2014/К

1. *I.E. Gracheva, V.A. Moshnikov, S.S. Karpova, E.V. Maraeva.* Journal of Physics: Conference Series, (2011), 291, 012017.
2. *В.С. Левицкий, А.С. Леншин, А.И. Максимов, Е.В. Мараева, В.А. Мошников.* Сорбционные и хроматографические процессы, (2012), 12(5), 725-733.
3. *A.S. Lenshin, V.M. Kashkarov, Yu. M. Spivak, V.A. Moshnikov.* Materials Chemistry and Physics, (2012), 293-297.
4. *Yu.M. Spivak, E.V. Maraeva, A.O. Belorus, A.V. Molchanova and N.R. Nigmatzyanova.* Smart Nanocomposites, (2013), 4 (1), 115 – 118.

АСМ-исследование движения стенок сегнетоэлектрических доменов под воздействием температурных и электрических полей

Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, К.Л. Сорокина, А.Л. Толстихина

Институт кристаллографии им.А.В. Шубникова РАН, Москва, 119333, Россия

Прикладное использование регулярных полярных структур на основе сегнетоэлектриков тормозится нерешенной пока проблемой стабильности получаемых систем. Процессы доменной релаксации остаются в центре внимания как теоретических, так и экспериментальных работ, поскольку до сих пор нет ни общепринятой модели динамики доменов, ни согласующихся между собой результатов измерений ширины доменной стенки. Хорошо изученные кристаллы триглицинсульфата (TGS), обладая идеальной плоскостью спайности (010), нормальной к направлению вектора поляризации, и температурой Кюри $T_c = 49^\circ\text{C}$, представляют собой наиболее подходящий объект для изучения процессов переполаризации. Метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), который был использован в данной работе в режимах пьезоотклика и литографии, позволяет не только следить за динамикой спонтанных доменов на поверхности TGS, но и управлять доменной структурой, создавая домены искусственно.

Выращенные в ИК РАН методом изотермического испарения при $T > T_c$ кристаллы TGS разрезались на бруски, ориентированные вдоль сегнетоэлектрической оси b , и раскалывались по плоскости спайности на образцы толщиной 1,5–2 мм. Образцы готовились и АСМ-измерения осуществлялись в условиях чистого помещения TRACKPORE ROOM-05 с контролируемыми параметрами воздушной среды. Скорость движения доменных стенок определялась по временному изменению геометрических параметров доменов – линейных размеров и площади.

Релаксационные процессы под действием нагрева исследовались для доменов естественного происхождения при $T = 45^\circ\text{C}$ после выдержки образцов при этой же температуре в течение нескольких часов. Поверхность сканировалась с периодичностью в 1–2 мин. Спонтанная поляризация проявлялась в образовании доменов двух морфологических типов – полосчатых и линзовидных. Если домены первого типа оставались относительно стабильными в течение всего времени эксперимента, то домены второго типа существенно изменяли свою форму и размеры, вплоть до полного исчезновения, причем скорость движения доменных стенок не сохранялась постоянной. Воздействие электрического поля путем приложения импульса постоянного напряжения с амплитудой $U \leq 50$ В длительностью 2 мин так-

же модифицировало доменную структуру (ее изменение контролировалось с периодом 6 мин). Результат зависел от исходной доменной конфигурации и направления прикладываемого поля: в большинстве случаев возникала искусственная переполаризация области непосредственно под зондом, но иногда наблюдалось движение доменных границ, достаточно удаленных от места приложения (рис.1).

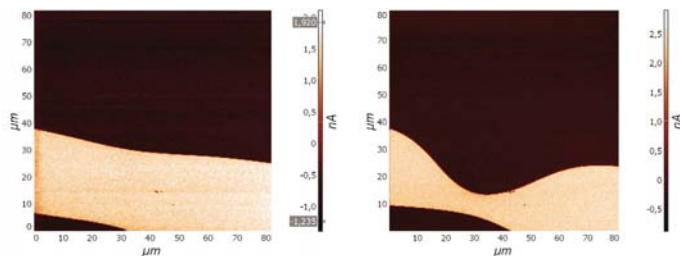


Рис.1. Движение стенки естественного домена вблизи точки приложения поля с помощью зонда. Изображение слева зарегистрировано до момента приложения поля, справа – через 20 мин. после снятия напряжения.

В случаях, когда удавалось надежно зарегистрировать переполаризацию, ее область сначала имела форму круга, а затем деформировалась в равновесную линзу (рис.2), которая сокращалась, уже сохраняя свои пропорции, и окончательно исчезала за несколько часов. Скорость движения доменных стенок при этом менялась со временем нелинейно. На базе сравнения характеристик релаксации доменов естественного и искусственного происхождения обсуждаются возможные механизмы этого процесса.

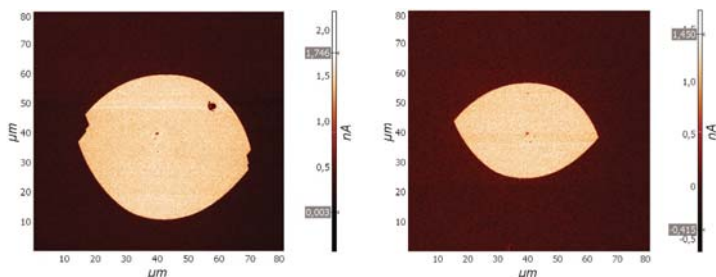


Рис.2. Деформация искусственно созданного домена в процессе релаксации. Изображения получены с интервалом в 50 мин.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки» (проект RFMEFI62114X0005).

Исследование 1D и 2D- доменных структур на неполярной поверхности ниобата бария – стронция при записи в поле атомно-силового микроскопа

Я.В. Боднарчук, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк

Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН, 119333 Москва

На сегодняшний день микродоменные структуры с заданной конфигурацией являются эффективной нелинейной средой для преобразования излучения и других применений, таких как оптические интегральные схемы. Мы представляем результаты по созданию доменов и регулярных доменных структур на неполярной поверхности кристаллов сегнетоэлектрических твердых растворов $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN-x) [1]. Запись доменов и доменных структур методом АСМ на неполярной поверхности сегнетоэлектрика была выполнена впервые.

Запись доменов и доменных структур проводились при приложении постоянного напряжения $U_{\text{DC}} \leq 50$ В к проводящему зонду атомно-силового микроскопа (АСМ), контактирующему с поверхностью. Для визуализации доменов на неполярной поверхности использовался латеральный режим микроскопии пьезоотклика PFM, при котором задействован пьезоэлектрический коэффициент $d_{ij} = d_{15}$.

В ходе эксперимента были записаны одиночные домены в полидоменном кристалле. На рис.1 показаны кинетики одиночного домена на неполярной поверхности при $U_{\text{DC}} = 20\text{В}$ и 40В в полидоменном кристалле. На вставке показан одиночный домен, представляющий собой структуру встречных доменов ("голова-к-голове" или "хвост-к-хвосту") (рис.1), вытянутых вдоль полярного направления кристалла. Такие доменные структуры сохраняются не менее нескольких дней. Было обнаружено, что экспозиционные характеристики длины и ширины домена на неполярной поверхности хорошо согласуются с экспозиционной зависимостью диаметра домена, записанного методом АСМ на полярной поверхности.

Этот результат показывает качественное сходство процессов фронтального роста планарного домена на неполярной поверхности и роста домена в объеме при приложении U_{DC} к полярной поверхности. Были исследованы кинетики записи одиночных доменов, из которых построены зависимости скорости роста домена от поля под зондом (рис.2). Для расчета распределения поля под зондом было использовано приближение поля линейного заряда, предложенное в [2]. В первом приближении зависимость скорости

фронтального роста $V_{dw}(1/E)$ аппроксимируется линейной функцией (рис. 2) в соответствии с модельным описанием [3].

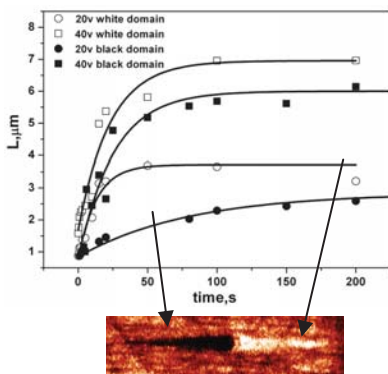


Рис. 1. Кинетики одиночного домена, записанного при разных напряжениях ($U_{DC} = 20$ и 40 В) в полидоменном кристалле. На вставке представлен одиночный домен записанный методом АСМ.

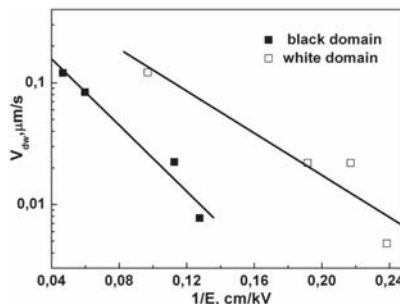


Рис. 2. Зависимость скорости роста одиночного домена, записанного при 40 В, от поля.

Также были записаны в моно- и полидоменных кристаллах одиночные домены и доменные решетки с периодами 3.6 и $8 \mu\text{m}$. Релаксация таких структур происходит не менее нескольких суток.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (гранты № 14-02-31076 мол_а).

1. Волк Т.Р., Гайнутдинов Р.В., Боднарчук Я.В., Ивлева Л.И., Письма ЖЭТФ, 97,554,2013
2. Pertsev N A, Kholkin A L: Subsurface nanodomains with in-plane polarization in uniaxial ferroelectrics via scanning force microscopy. Phys Rev B 2013, 88: 174109.
3. N.A. Pertsev, R. V. Gainutdinov, Ya. V. Bodnarchuk, T. R. Volk, JAP, 117,034101,2015

Определение проводимости и положения уровня Ферми в индивидуальных углеродных нанотрубках методом электростатической силовой микроскопии

В.В. Болотов, Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Стецько, Ю.А. Стенькин

Омский научный центр СО РАН, 644040, г. Омск, ул. Нефтехимическая, 54

Методом электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) исследованы электрические свойства индивидуальных УНТ, легированных азотом, исходных (после синтеза), подвергнутых термическому отжигу в атмосфере аргона при температуре 800°C, облученных ионами аргона с энергией 15 кэВ и флюенсом 10^{16} см^{-2} . УНТ синтезировались методом CVD в результате пиролиза паров ацетонитрила при 850°C с добавлением ферроцена в качестве катализатора. Концентрация азота в полученных УНТ составила около 4 ат. %.

В качестве образцов использовались УНТ, осажденные на подложку $p^+-\text{Si}/\text{SiO}_2$ с толщиной окисла 140 нм. ЭСМ измерения проводились на атомно-силовом микроскопе MFP-3D SA (Asylum Research) в двухпроходном режиме в атмосфере сухого азота. Между зондом и слоем $p^+-\text{Si}$ подложки прикладывалось напряжение -5...+5 В.

Контраст полученных ЭСМ-изображений демонстрирует проводящий характер всех исследованных УНТ. Форма поперечного профиля ЭСМ-сигнала нанотрубки имеет «М-образный» вид (рис. 1). Анализ профиля ЭСМ-сигнала проводился на основе модели [1], рассматривающей емкостные связи «зонд-подложка», «зонд-нанотрубка», «нанотрубка-подложка». При расчете модельных профилей ЭСМ-сигнала учитывались реальные параметры УНТ, зонда, кантилевера и подложки. Различие в проводимости УНТ учитывалось с помощью дополнительной разности потенциалов ΔU в конденсаторе «зонд-нанотрубка», которая характеризует величину заряда, запасенного в конденсаторе. Чем выше проводимость УНТ, тем больший заряд будет накоплен в конденсаторе «зонд-нанотрубка». На рис. 1а представлены профили ЭСМ-сигнала исходной и термообработанной УНТ с внешним диаметром 13 нм. Качественное и количественное согласие между экспериментальными и модельными профилями ЭСМ-сигнала исходной и термообработанной УНТ достигается увеличением разности потенциалов в конденсаторе «зонд-нанотрубка» для термообработанной УНТ на $\Delta U = 0,7 \text{ В}$. Рост разности потенциалов между зондом и нанотрубкой свидетельствует о более высокой проводимости УНТ после термического отжига.

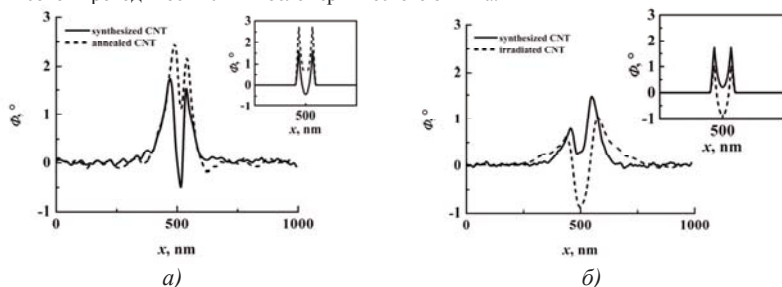


Рис. 1. а - экспериментальные и модельные (на вставке) профили ЭСМ-сигнала синтезированной и термически обработанной УНТ с внешним диаметром 13 нм; б - экспериментальные и модельные (на вставке) профили ЭСМ-сигнала синтезированной и облученной УНТ с внешним диаметром 15 нм.

На рис. 16 представлены профили ЭСМ-сигнала исходной и облученной УНТ с внешним диаметром 15 нм. Облученные УНТ, в отличие от термообработанных УНТ характеризуются меньшей величиной ЭСМ-сигнала и более существенным падением сигнала в центре профиля. Согласно между экспериментальными и модельными профилями ЭСМ-сигнала исходной и облученной УНТ реализуется уменьшением разности потенциалов в конденсаторе «зонд-нанотрубка» для облученной УНТ на $\Delta U = 1,4$ В. Уменьшение величины ΔU свидетельствует о существенном снижении проводимости УНТ после облучения ионами аргона.

Информация об изменении концентрации электронов в УНТ, была получена из анализа вольтовых зависимостей величины ЭСМ-сигнала УНТ. Зависимость ЭСМ-сигнала от величины и полярности приложенного напряжения имеет параболический вид. Положение минимума зависимости на шкале напряжений соответствует величине контактной разности потенциалов между зондом и УНТ. В случае проводящих зонда и УНТ контактная разность потенциалов равна разности работ выхода электрона из материала зонда и УНТ. Зная работу выхода из материала зонда и определив контактную разность потенциалов можно определить работу выхода из УНТ. Сравнение работ выхода электрона из УНТ до и после термической и ионной обработки позволит определить изменение положения уровня Ферми в УНТ после этих воздействий. На рис. 2 показана зонная диаграмма системы «зонд-УНТ-подложка», где отмечена разница работ выхода электронов из зонда и синтезированных и обработанных УНТ. Красной линией обозначены положения уровня Ферми относительно уровня вакуума в зонде, УНТ и подложке.

Рис. 2 демонстрирует, что в термообработанных УНТ уровень Ферми смещается вверх в среднем на величину 0,34 эВ. Рост уровня Ферми обусловлен увеличением концентрации электронов в зоне проводимости УНТ. В случае облученных УНТ наблюдается существенное понижение уровня Ферми в среднем на величину 0,85 эВ. Это свидетельствует о сильном уменьшении концентрации свободных электронов, а возможно и смене типа проводимости на дырочный, в результате смещения уровня Ферми в валентную зону.

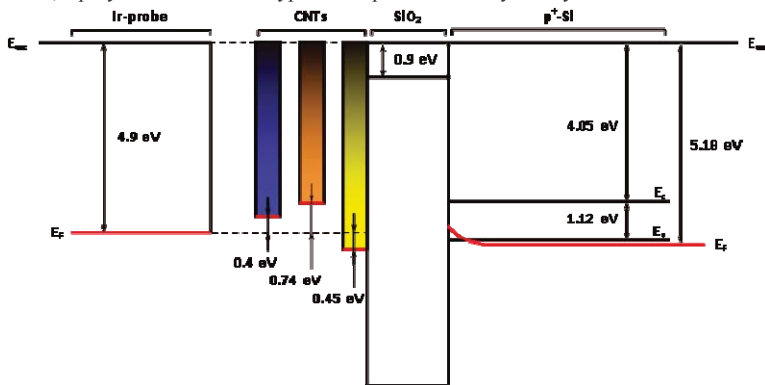


Рис. 2. Зонная диаграмма системы «зонд-УНТ-подложка», цифрами показаны энергетические интервалы между соответствующими уровнями.

1. V.V. Bolotov, N.A. Davletkil'deev, D.V. Stets'ko, I.A. Lobov. Tech. Phys. Lett., 2014, 40, 965-968.

Структурообразование в ЛБ пленках преполимера полиимида

Р.В.Гайнутдинов¹, А.Л.Толстихина¹, Н.Д.Степина¹, В.П.Склизкова²,
В.В.Кудрявцев²

¹ *Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова Российской академии наук,
119333, Москва, Ленинский пр., 59*

² *Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук,
199004, Санкт-Петербург, Большой пр., 31*

С учетом тенденции к миниатюризации электронных устройств возрастает важность получения совершенных сверхтонких полимерных пленок. Полиимидные (ПИ) пленки представляют практический интерес для микроэлектроники и мембранной технологии. Стабильность монослоя преполимера и бездефектность многослойных ПИ пленок определяется многими факторами в том числе химическим строением преполимера и растворителя, условиями процесса формирования пленки. Целью работы является исследование ЛБ пленок жесткоцепного преполимера ПИ синтезированного на основе 3,3',4,4'- дифенил тетракарбоновой кислоты, о-толидина и N,N-диметилгексадециламина. Ленгмюровский монослой формировали из растворов преполимера в ДМАА/бензол, N-метилпирролидон/бензол, ДМАА/диоксан при соотношении растворителей близких к высаживанию полимера. Пленки получали методом горизонтального и вертикального лифта при поверхностном давлении монослоя 25 и 35 мН/м. Исследование ленгмюровских монослоев и формирование многослойных пленок проводили на установке MDT-LB5 (Зеленоград). Морфологию поверхности пленок изучали с помощью атомно-силового микроскопа Р47-SPM-MDT (НТ-МДТ, Москва) в прерывисто-контактном режиме съемки АСМ с областями сканирования 9000х9000нм, 1300х1300нм, 450х450нм. При анализе нанорельефа пленок использовали программу SPIP (Image metrology). Результаты статистической обработки данных АСМ зависят от размеров области сканирования, метода и принятой модели. Полученные гистограммы указывают на одномодальное распределение частиц на пленке преполимера с выраженным максимумом в определенном интервале размеров частиц. Оценку распределения частиц по размеру проводили по параметрам «длина», «ширина» и «высота», поскольку параметры «диаметр» и «площадь» не учитывают анизотропию элементов рельефа. На основании полученных статистических данных при сравнении параметров «длина» и «ширина» количественно оценивается визуально наблюдаемая ориентированная структура пленок, сформированных методом ЛБ. Для пленок, полученных с использованием растворов ДМАА/бензол и МП/бензол методом верти-

кального лифта, гистограммы распределения частиц по «высоте» отличаются большим распределением частиц по размерам (большей дисперсностью) и смещением кривой распределения в область больших по размеру частиц в отличие от структуры, полученной методом горизонтального лифта. ЛБ пленки полученные из раствора преполимера в ДМАА/бензол имеют большую гладкость и однородность, чем из растворов N-метил-2-пирролидон/бензол, и ДМАА/диоксан. В работе проведен сравнительный анализ влияния на характер агрегации и степень однородности структурных элементов пленок надмолекулярной организации (микрогетерогенности, микроупорядоченности) растворов преполимера, использованных для получения пленок. Структурные параметры растворов, определяемые влиянием растворителя на конформационное состояние макромолекулы, внутримолекулярные и межмолекулярные взаимодействия, оценены ранее методом светорассеяния [1].

Итак, при комплексном использовании ленгмюровского метода и метода АСМ возможно получить визуальную информацию о структуре образовании полимера в процессе укладки макромолекул в пленке.

1. *В.П.Склизкова, Р.В.Гайнутдинов, А.Л.Толстихина, Н.Д.Степина, Н.А.Калинина, В.В.Кудрявцев. Поверхность. Рентгеновские,синхротронные и нейтронные исследования, (2013), № 9, 5-12.*

Измерение коэрцитивного поля и локальной проводимости тонких сегнетоэлектрических пленок $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ с помощью методов сканирующей зондовой микроскопии

Е.В. Гущина¹, М.С. Дунаевский^{1,2}, Л.А. Делимова¹

1. Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе,

194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26, Россия

2. Национальный исследовательский университет “ИТМО”,

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский проспект, 49, Россия

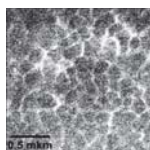
Тонкие сегнетоэлектрические (СЭ) пленки $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ (PZT), обладающие высокими значениями пьезоэлектрических коэффициентов и спонтанной поляризации, представляют большой интерес для их использования в сенсорных приборах и микроэлектронике [1]. Одной из проблем тонких PZT пленок являются высокие значения токов утечки, величина которых может превышать вклад от переходных токов переключения поляризации [2], что недопустимо, например, в элементах СЭ-памяти, где считывание информации происходит по величине тока реполяризации [3]. Методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) позволяют идентифицировать области повышенной проводимости и исследовать возможные механизмы утечек заряда в СЭ пленках на микро и нано-размерном уровне.

В данной работе методы СЗМ были использованы для исследования локальной проводимости и измерения локальных вольтамперных характеристик (ВАХ) тонких PZT пленок. Кроме того, предложен метод измерения коэрцитивного поля отдельных PZT зерен в поликристаллической СЭ пленке. При этом СЗМ-зонд используется в качестве верхнего подвижного наноэлектрода, а получение информации происходит с площади $20 \times 20 \text{ нм}^2$.

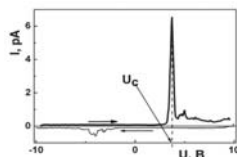
В работе исследовались поликристаллические пленки $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.45}\text{Ti}_{0.55})\text{O}_3/\text{Ir}/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ толщиной $d=100 \text{ нм}$, изготовленные MOCVD методом, со столбчатой структурой зерен и текстурой (111), а также эпитаксиальные пленки $\text{PbZr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52}\text{O}_3/\text{SrRuO}_3/\text{SrTiO}_3/\text{Si}$ толщиной $d=210 \text{ нм}$, ориентированные вдоль направления (001).

Показано, что в поликристаллической PZT пленке проводимость по границам зерен выше, чем проводимость самих зерен (см. рис. 1а)). Это связано с выделением Pb на границах зерен и образованием фазы PbO при послеростовом отжиге в атмосфере кислорода [4]. В эпитаксиальной PZT пленке ток течет по всему объему. Несмотря на такое различие, наблюдаемый ток в обоих типах пленок имеет много общих черт. Так, отклик тока на приложенное смещение демонстрирует длинную релаксацию и зависи-

мость от скорости сканирования, что указывает на емкостную природу тока. Все пленки показывают гистерезис тока несегнетоэлектрического направления («по часовой стрелке»), причем на прямой ветви гистерезиса, вблизи значения коэрцитивной силы наблюдаются пики тока, зависящие от поляризации, а на обратной ветви гистерезиса пиков тока нет. Однако, зависимость величины тока от направления поляризации, записанная с отдельного зерна в поликристаллической PZT пленке принципиально отличается от этой же зависимости в эпитаксиальной пленке. Ток поляризованного зерна больше, когда направления смещения и поляризации противоположны и меньше, когда эти направления совпадают. Предполагается, что такая зависимость обусловлена перезарядкой «ловушек», расположенных на границах зерен и вовлеченных в экранирование поляризационного заряда. В эпитаксиальной PZT пленке зависимость тока от направления поляризации имеет обратный характер.



а)



б)

Рис. 1. Токовая карта поликристаллической PZT пленки а) и локальная BAX, записанная на одиночном зерне б).

Аналогичные результаты были получены при измерении BAX с помощью макроскопических электродов нанесенных на PZT пленки [5].

С помощью измерения локальных BAX был разработан метод определения коэрцитивного поля E_c отдельных зерен. На прямой ветви BAX существуют пики тока, связанные с переполаризацией СЭ доменов вблизи значения коэрцитивного поля. По положению этого максимума (значение U_c на рис. 1б)) можно определить величину коэрцитивного поля отдельного зерна $E_c = U_c/d \sim 3 \cdot 10^5$ В/см.

Таким образом, методами СЗМ исследованы механизмы протекания тока и особенности в проводимости в тонких PZT пленках. Выполнены локальные измерения величин коэрцитивного поля для отдельных зерен в поликристаллических PZT пленках.

Работа поддержана НШ-347.2014.2.

1. P. Murali *et al.*, Sensors Actuators A, 1995, 48, 157-65.
2. L. Pintilie, In: Ferroelectrics-physical effects/Ed., 2011, Ch.5, 666 p.
3. J.F. Scott, Ferroelectric memories, Springer-Verlag, Heidelberg–Berlin, 2006, 264 p.
4. K. Lee, *et al.*, Semicond. Technol.Sci., 2002, 2, 205.
5. Л.А.Делимова и др., ФТТ, 2014, 56, 12, 2366-2375.

Эффект интерференции излучения полупроводникового ИК-лазера при взаимодействии с зондом атомно-силового микроскопа

М.С.Дунаевский¹, П.А.Алексеев¹, А.А.Донцов¹, А.М.Монахов¹, А.Баранов²

*1 Физико-Технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург,
ул.Политехническая, 28, Санкт-Петербург, 194021, Россия*

*2 Institut d'Electronique du Sud, Université Montpellier 2, Place Eugène Bataillon,
Montpellier, 34095, France*

Особый интерес для гражданских и военных приложений представляют полупроводниковые лазеры инфракрасного диапазона 2-5мкм. Одним из направлений диагностики таких структур является разработка ИК-детекторов, не требующих охлаждения (uncooled detectors). В качестве такого детектора можно использовать зонд сканирующего зондового микроскопа (СЗМ). Нашей группой недавно был разработан высокоточный метод детектирования нагревов СЗМ-кантилеверов ИК-излучением, основанный на детектировании сдвигов частоты СЗМ-зонда [1].

В данной работе обнаружен эффект усиления поглощения ИК-излучения в зонде атомно-силового микроскопа. Установлено, что величина поглощения находится в периодической зависимости от расстояния между зондом и поверхностью, что указывает на интерференционную природу вышеуказанного эффекта. Выполненные расчёты показывают, что в зазоре между поверхностью лазера и наклонной поверхностью кантилевера возникает интерференция исходящей и отраженной световых волн с возникновением узлов и пучностей электрического поля. В результате этого поглощение СЗМ-зондом ИК-излучения может быть многократно усилено при расположении зонда на определенных расстояниях от поверхности.

В данной работе исследовался полосковый $n\text{-GaSb}/n\text{-GaAl}_{0.9}\text{AsSb}/\text{GaAl}_{0.35}\text{AsSb}/p\text{-GaAl}_{0.9}\text{AsSb}/p\text{-GaSb}$ лазер излучающий на длине волны 2.1 мкм. На Рис.1 приведена геометрическая схема эксперимента и два изображения сдвигов частот СЗМ-зонда $\text{freq}(x,y) \sim I(x,y)$, полученных при сканировании полоскового лазера двумя зондами (Si , Si_3N_4). Положение области излучения отмечено пунктирным овалом на рисунке 1. В силу того, что область излучения одномодового полоскового лазера достаточно узкая при сканировании больших полей наблюдается “свертка” выходящего пучка излучения с формой СЗМ-зонда. Видно, что в случае кремниевых зондов детектируемый сигнал максимален, когда над областью

излучения находится пирамида зонда. В случае кремний-нитридного зонда пирамида зонда слабо взаимодействует с ИК-излучением, что обусловлено малым поглощением ИК-излучения в Si_3N_4 .

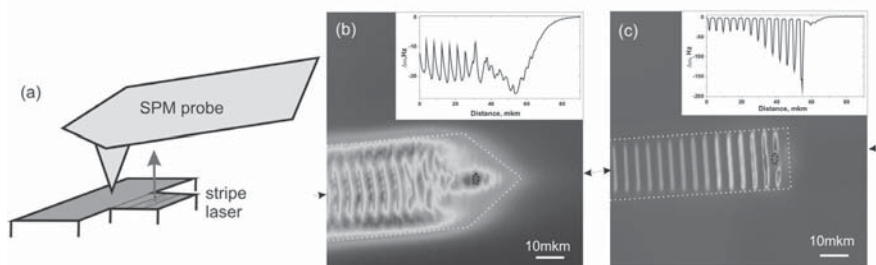


Рис. 1. Схема эксперимента (а) и 2D-карты сдвига частоты $\text{freq}(x,y) \sim I(x,y)$ измеренные Si-зондом (b) и Si_3N_4 -зондом (с)

Неожиданным для нас результатом стало периодическое изменение поглощения вдоль микроконсоли зонда, что проявлялось в виде серии полос, идущих перпендикулярно продольной оси микрокантилевера. Расстояние между полосами составляло величину около $d=4.4$ мкм (см. сечения на Рис.1). Данный эффект воспроизводился и при работе другими зондами ($\text{Si}+\text{Au}$ $d=4.4$ mkm, $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{Au}$ $d=4.8$ mkm). Оказалось, что период наблюдаемых полос практически не зависит от материала зонда и используемых покрытий.

Второе важное наблюдение заключается в том, что положение полос изменяется при изменении z-расстояния зонд-поверхность. Обнаружено, что полосы сдвигаются вдоль x-направления на один период при увеличении z-расстояния на 1.1 микрона, что составляет величину около половины длины волны. Это позволяет предположить, что возникновение полос – это интерференционный эффект, связанный с взаимодействием выходящей из лазера световой волны с наклонной поверхностью кантилевера. Области усиления поглощения соответствуют расстоянию зонд-поверхность равному целому числу полудлин волн. Периодически идущие вдоль x-направления области усиления поглощения можно связать с наклоном балки кантилевера.

Таким образом, в данной работе был обнаружен интерференционный эффект усиления поглощения лазерного ИК-излучения в кантилевере СЗМ-зонда. Установлено, что при достижении условий интерференции в кремниевых кантилеверах детектируемый сигнал может быть усилен на порядок. Предполагается, что обнаруженный эффект можно использовать для повышения чувствительности ближнеполевых сенсоров ИК-излучения.

1. *M.S.Dunaevskiy, P.A.Alekseev, A.N.Baranov, A.M.Monakhov, R.Teissier, R.Arinerov, P.Girard, A.N.Titkov*, Appl. Phys. Lett. **103**, 053120, (2013)

Магнитно-силовая микроскопия планарных ферромагнитных наноструктур

О.Л. Ермолаева^{1,2}, В.Л. Миронов^{1,2}

¹ Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия

² Нижегородский государственный университет им. Н.И.Лобачевского
г. Нижний Новгород, Россия

В докладе обсуждаются возможности применения магнитно-силовой микроскопии (МСМ) для исследования магнитных состояний, доменной структуры и эффектов перемангничивания планарных паттернированных ферромагнитных наноструктур. Анализируются особенности формирования МСМ контраста от однослойных и многослойных наночастиц различной формы [1-3]. Рассматриваются эффекты локального воздействия неоднородного поля зонда на распределение намагниченности в планарных нанообъектах [4-5].

В частности, анализируются особенности доменной структуры тонкопленочных наноструктур с перпендикулярной анизотропией. Рассматриваются эффекты перемангничивания таких структур полем зонда магнитно-силового микроскопа [6].

Обсуждаются перспективы использования методов МСМ для исследования особенностей магнитостатического взаимодействия в плотных массивах ферромагнитных наночастиц [7] и рассматриваются возможности применения таких систем в качестве СВЧ фильтров [8].

Приводятся результаты МСМ исследований процессов пиннинга-депиннинга доменных стенок в гибридных системах, состоящих из ферромагнитной нонопроволоки и наночастиц [9] и обсуждаются возможности применения таких систем в качестве магнитных логических ячеек.

Работа выполняется при поддержке РФФИ и программ Президиума РАН.

1. A.A.Fraerman, B.A.Gribkov, S.V.Gusev et al. - *J. Appl. Phys.*, 103, 073916 (2008).
2. V.L.Mironov, O.L.Ermolaeva, S.A.Gusev et al. - *Phys. Rev. B*, 81, 094436 (2010).
3. В.Л.Миронов, А.А.Фраерман, Б.А.Грибков и др. – *ФТТ*, 52(11), 2153 (2010).
4. В.Л.Миронов, А.А.Фраерман, Б.А.Грибков и др. - *ФММ*, 110(7), 708 (2010).
5. V.L.Mironov, B.A.Gribkov et al., - *IEEE Trans. Magn.*, 44(10) 2296 (2008).
6. V.L.Mironov, B.A.Gribkov, S.N.Vdovichev et al. - *J. Appl. Phys.*, 106, 053911 (2009).
7. В.Л.Миронов, О.Л.Ермолаева и др. - *Известия РАН, сер. Физ.*, 77(1), 37 (2013).
8. V.L. Mironov, E.V. Skorohodov et al. - *J. Appl. Phys.*, 115, 184301 (2014).
9. V.L.Mironov, O.L.Ermolaeva et al. – *Phys. Rev. B*, 85, 144418 (2012).



Фотовольтаический эффект в наноразмерных пленках BaTiO_3

А.В. Зенкевич^{1,2}, Ю.А. Матвеев^{1,2}, К.Ю. Максимова³, Р.В. Гайнутдинов⁴,
А.Л. Толстихина⁴, В.М. Фридкин⁴

¹ *Московский физико-технический институт, ,
141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., 9, Россия*

² *Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31, Россия*

³ *Deutsches Elektronen Synchrotron, 85 Notkestraße, Hamburg D-22607, Germany*

⁴ *Институт кристаллографии им.А.В. Шубникова РАН,
119333, Москва, Ленинский просп. 59, Россия*

В настоящее время большое внимание уделяется исследованию свойств сегнетоэлектриков в наноразмерной области, что связано с перспективностью создания энергонезависимой постоянной памяти с высокой плотностью записи элементов. В данной работе изучены особенности сегнетоэлектрического переключения и объемный фотовольтаический эффект в наноразмерных пленках BaTiO_3 . Пленки BaTiO_3 различной толщины 3 – 40 нм были получены методом лазерной эпитаксии на подложках Pt/MgO (100) [1]. Эксперименты проводили на микроскопе NTEGRA PRIMA (НТ-МДТ) с помощью метрологического комплекса “TRACKPORE ROOM-05” (степень чистоты ИСО(100)) при поддержании постоянными температуры 24°C ($\pm 0,5^\circ$) и влажности 40% ($\pm 1\%$). Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в режиме пьезоотклика изучен процесс переключения эпитаксиальных пленок BaTiO_3 толщиной 3, 8 и 40 нм при приложении к проводящему зонду микроскопа напряжения –6 В (+6В) и получены петли локального пьезоэлектрического гистерезиса. На рис.1 приведено топографическое изображение поверхности пленки BaTiO_3 . Все пленки в шкале 3 – 40 нм обнаруживали стабильное монокристаллическое состояние. Результаты измерения кинетики переключения подтверждают наличие собственного однородного переключения в наноразмерных сегнетоэлектрических пленках с толщиной, близкой по порядку величины размеру критического зародыша домена.

Как известно, объемный фотовольтаический эффект возникает при однородном освещении однородных кристаллов без центра симметрии [2]. В [3] на основе механизма нарушения принципа Больцмана (принципа детального равновесия) было предсказано гигантское увеличение эффективности этого эффекта в пленках сегнето- или пьезоэлектриков в наноразмерной области. В данной работе получено экспериментальное подтверждение этой теории. Эксперименты по изучению фотовольтаического эффекта в

наноразмерной области были выполнены на тонкопленочных гетероструктурах Pt / BaTiO₃ /Pt с использованием зондовой станции Cascade Summit 1100 с анализатором Agilent Semiconductor Device Analyzer B 1500 A, которая позволяет измерять токи до 10⁻¹⁴ А. Предложена оригинальная схема измерений. Экспериментально обнаружен рост эффективности фотовольтаического эффекта в пленках BaTiO₃ толщиной 20 – 40 нм. В этих пленках эффективность преобразования световой энергии в электрическую (по сравнению с объемными кристаллами) выросла в 10⁵ раз. Полученные результаты показывают, что объемный фотовольтаический эффект, видимо, перспективен для преобразования энергии с высокой эффективностью.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки» (проект RFMEFI62114X0005).

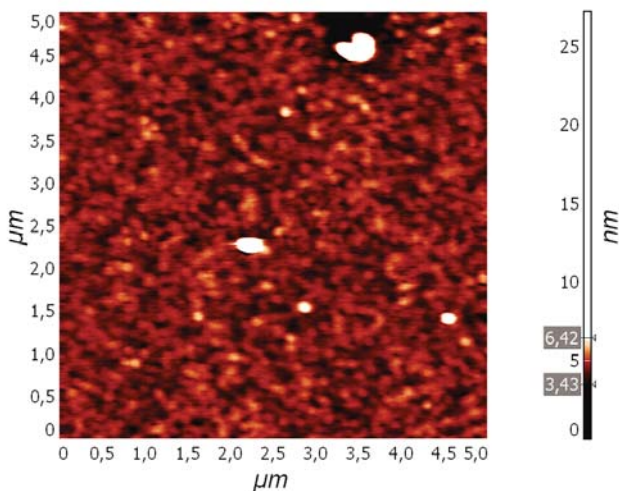


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности пленки BaTiO₃ толщиной 8 нм, полученной методом лазерной эпитаксии. Контактный режим.

1. A. Zenkevich, M. Minnekaev, Y. Matveyev, Y. Lebedinskii, K. Bulakh, A. Chouprik, A. Baturin, K. Maksimova, S. Thiess, W. Drube. Applied Physics Letters, 2013, 102, 062907
2. Б.И. Стурман, В.М. Фридкин. Фотогальванический эффект в средах без центра симметрии и родственные явления. М.: Наука.1992. 208 с.
3. В.М. Фридкин, С.Дюшарм. УФН. 2014. Т.184. №6. 645-651.

Атомно-силовая микроскопия перспективных полимерных материалов

Д.Д. Карамов¹, В.М. Корнилов¹, А.Н. Лачинов^{1,2}

¹ФГБОУ ВПО «Башкирский государственный педагогический университет им. Акмуллы», 450000, Уфа, Россия

²ФГБУН Уфимский научный центр РАН, 450054, Уфа, Россия

Потенциал полимерных материалов в плане фундаментальных научных исследований и практических приложений необычайно велик.

Одним из интересных представителей является полилифениленфталид (ПДФ) полимер из класса полигетероариленов. Это термо- и хемостойкий полимер, обладающий хорошими пленкообразующими свойствами. Кроме того, в субмикронных пленках ПДФ обнаруживаются необычные электрофизические свойства – в них наблюдаются эффекты переключения в высокопроводящее состояние инициированные воздействиями электрического и магнитного полей, термоионизацией ловушек, электронным или ионным облучением, изменением граничных условий на поверхности раздела металл-полимер, одноосным давлением и т.д.). Такие эффекты исследуются в разных классах объектов, в том числе в халькогенидных стеклообразных полупроводниках, аморфных пленках окислов, органических, включая и полимерные материалы. Очевидна перспективность использования в электронике тонкопленочных элементов, электропроводящим состоянием которых можно управлять с помощью небольшого внешнего воздействия.

При практическом использовании полимерных пленок всегда существует необходимость охарактеризовать полимерный слой с точки зрения пленкообразования, однородности, шероховатости, возможной деградации при механическом, термическом и химическом воздействии. В качестве инструмента для изучения субмикронных пленок целесообразен выбор методик сканирующей зондовой микроскопии, в частности методов атомно-силовой микроскопии (АСМ).

В работе представлены результаты экспериментального исследования пленок полилифениленфталита (ПДФ) методами атомно-силовой микроскопии. Возможности АСМ были реализованы при картографировании полимерных пленок и подложек, на которых формировались пленки. Определены геометрические параметры пленок ПДФ и их структурных элементов до и после различных воздействий (механического, химического и термического). Обнаружена внутренняя (надмолекулярная) структура пленок, которая объясняется наличием в исходном растворе ассоциатов макромолекул. Методами АСМ продемонстрирована возможность создания однородных по толщине пленок вплоть до нескольких мономолекулярных слоев.



Формирование наноразмерных структур для зондовой нанодиагностики методом фокусированных ионных пучков

А.С. Коломийцев¹, А.Л. Громов¹, А.А. Шемерянкин¹

1 Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета, 347928, г Таганрог, ул. Шевченко 2, корп. Е, Россия

Развитие микроэлектроники характеризуется постоянным усложнением функциональных электронных компонентов, снижением их энергопотребления и микроминиатюризацией. Размеры современных элементов СБИС составляют 20 нм и менее, что существенно ограничивает номенклатуру методов исследования их структуры и свойств. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является одним из наиболее перспективных методов диагностики поверхности твердых тел с высоким пространственным разрешением, вплоть до атомарного. Разрешающая способность СЗМ определяется, прежде всего, формой и радиусом закругления зонда. Стандартные зонды изготавливаются традиционными методами поверхностной обработки, что существенно ограничивает значения их основных параметров, таких как радиус закругления острия, угол конусности и аспектное соотношение острия. Зонды нестандартной формы, например для методики CD AFM (атомно-силовой микроскопии вертикальных стенок), сложны в изготовлении, редки и достаточно дороги.

Альтернативным подходом в создании средств зондовой нанодиагностики является формирование острия зонда требуемой формы на основе стандартных чипов методами локального наноструктурирования.

Метод фокусированных ионных пучков (ФИП) позволяет формировать наноразмерные структуры путем локального ионно-стимулированного осаждения из газовой фазы. Основным преимуществом ФИП при создании наноразмерных структур для зондовой нанодиагностики является возможность варьировать их параметры в широких пределах, а также отсутствие необходимости применения резистов, масок и травителей.

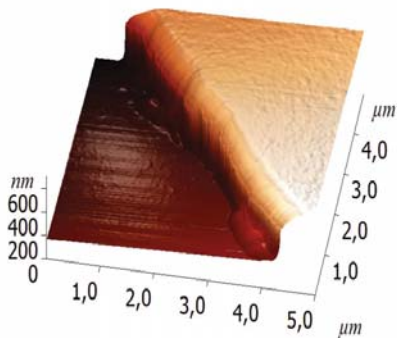
В работе для формирования наноразмерного острия зондов использовался растровый электронный микроскоп с системой ФИП Nova NanoLab 600 (FEI Company), апробация сформированных зондов производилась на СЗМ Solver P-47 Pro (ЗАО «НТ-МДТ»). В качестве подложки при проведении экспериментальных исследований использовался стандартный зонд NSG-10 (ЗАО «НТ-МДТ») с изношенным после интенсивного использования острием. На начальном этапе исследований изношенная часть острия зонда удалялась методом ионно-лучевого травления ФИП, после чего производилось осажде-

ние площадки из углерода размером 350 нм x 350 нм. После этого на сформированной площадке формировалось острие высотой 1 мкм и диаметром 132 нм. Сверху острия был сформирован диск высотой 35 нм и диаметром 320 нм, который используется в качестве острия в методике CD AFM (рис. 1,а). При осаждении использовались следующие параметры ФИП: ускоряющее напряжение 30 кэВ, ток ионного пучка 30 пА, время воздействия пучка в точке 10 мс. В сравнении с коммерческими CD AFM зондами сформированный зонд обладает меньшим радиусом закругления острия (около 17 нм) и большей его длиной (около 90 нм), что позволяет исследовать шероховатость боковых граней с более высокой точностью.

Апробация сформированного зонда производилась путем исследования шероховатости боковой грани ступеньки фоторезиста ПММА высотой 500 нм (рис. 1,б). В результате было установлено, что зонд NSG-10 со стандартным острием не позволяет определить шероховатость боковой грани, тогда как зонд с острием сформированным методом ФИП позволил измерить среднеарифметическую шероховатость, которая составила $9,44 \pm 1,96$ нм.



а)



б)

Рис. 1. РЭМ – изображение острия зонда CD AFM, сформированного методом ФИП (а) и АСМ-изображение тестовой структуры (б)

Таким образом, в работе показано, что метод ФИП позволяет управляемо формировать структуры для зондовой нанодиагностики поверхности твердых тел с высокой точностью и разрешающей способностью.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-07-31162 мол_а, а также Министерства образования и науки в рамках проектной части государственного задания в сфере научной деятельности (задание №16.1154.2014/К).

Синтез и исследование морфологии, структуры и спектральных свойств тонкопленочных полимерных нанокомпозитов ППК+S

Е.П. Криничная¹, О.П. Иванова¹, С.А. Озерин², С.А. Завьялов³,
Т.С. Журавлева¹

¹ ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,
119334, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Россия

² ФГБУН Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова
РАН, 117393, Москва, ул. Профсоюзная, 70, Россия

³ ФГБУН Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
123182, Москва, пл. Академика Курчатова, 1, Россия

Для пленок полимерных нанокомпозитов на основе поли-*n*-ксилилена и серы (ППК+S), полученных методом твердофазного криохимического синтеза [1,2] на подложках из кремния и оптического кварца, проведены исследования морфологических особенностей и структуры поверхности методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) и рентгеновской дифракции в больших углах, и оптических спектров поглощения в зависимости от содержания серы (образцы 1, 2, 3, 4, 5, 6; содержание серы уменьшалось с увеличением порядкового номера $C_1 > C_2 > C_3 > C_4 > C_5 > C_6$). На АСМ изображении поверхности ППК+S пленок видны структурные элементы в виде вытянутых сферолитов (**Рис. 1а**), состоящих из более мелких частиц - наноглобул. При уменьшении содержания серы в образцах 2-5 наблюдается уменьшение размеров наноглобул (**Рис. 1б,в**) и величины среднеквадратичной шероховатости. Дальнейшее уменьшение содержания серы в образце 6 приводит к появлению крупных сферолитов (**Рис. 1г**). Методом рентгеновской дифракции на всех кривых рассеяния обнаружили пики, характерные для рассеяния на кристаллической решетке серы. Для нанокомпозитов с высоким содержанием неорганического компонента (образцы 2, 3, 4) присутствует рефлекс 400 β-формы ППК. Средний эффективный размер кристаллита, оцененный из полуширины этого рефлекса, составил ~17 нм. При уменьшении концентрации серы на кривых рассеяния появляются дополнительные пики, которые можно отнести к α-форме ППК (образцы 5, 6). Для образца 6 (с наименьшим содержанием S) β-форма не наблюдается, а присутствует только α-форма. Кристаллическая решетка серы в нанокомпозитах деформирована, о чем свидетельствует изменение соотношения интенсивностей основных кристаллических рефлексов, характерных для ромбической решетки S.

Наблюдаемые изменения в морфологии и структуре нанокомпозитов также проявились в оптических спектрах поглощения. Измерения спектров

поглощения проводились в интервале длин волн 200 - 900 нм. Для более наглядного представления полученных результатов на **Рис. 2** приведены спектры поглощения нанокомпозитов в диапазоне длин волн 330-450 нм. В спектре образца 1 ($C_1 = 100$ об.% S) в интервале длин волн 500 - 900 нм наблюдались два небольших пика при ~ 475 нм (λ_1) и ~ 665 нм (λ_2), интенсивность которых постепенно уменьшалась в образцах 2 - 6. Максимум λ_1 в образце 6 был практически неразличим.

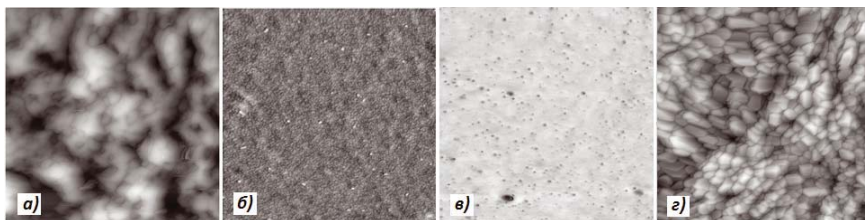


Рис. 1. АСМ изображения поверхности пленок образцов: а) - 1; б) - 4; в) - 5; г) - 6. Размеры кадров: 14х14 мкм.

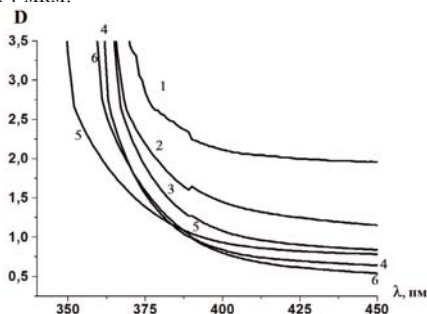


Рис. 2. Спектры оптического поглощения пленок ППК+S: образцы 1-6 ($C_1 > C_2 > C_3 > C_4 > C_5 > C_6$).

Спектры поглощения пленок нанокомпозитов ППК + S сдвинуты в коротковолновую область, относительно спектра поглощения пленки чистой серы (образец 1). Получена немонотонная зависимость сдвига спектров от содержания серы. Максимальный сдвиг в коротковолновую область наблюдался для спектра поглощения образца 5. Тонкопленочные полимерные нанокомпозиты ППК+S могут представлять интерес для практического использования в оптоэлектронике.

Определение износа методом атомно-силовой микроскопии

Т.А. Кузнецова, С.А. Чижик, Т.И. Ширяева

*Институт тепло и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси,
ул. П. Бровки 15, 220072, г. Минск, Беларусь*

Бесспорным преимуществом атомно-силовой микроскопии (АСМ), помимо визуализации поверхности, является возможность воздействия на исследуемый объект с нагрузками нано- микрометрового силового диапазона. Воздействуя на поверхность с несколько завышенной нагрузкой, по сравнению с обычным сканированием, можно протестировать механические свойства поверхности и тотчас же визуализировать результаты этого тестирования. Таким образом можно испытывать широкий класс материалов – от клеточных мембран до твердых нитридных покрытий. В последнем случае требуется использовать зонд с алмазным наконечником на стальной консоли. Повторным сканированием при обычной нагрузке определяют глубину следов от индентора на поверхности и, зная приложенную нагрузку, по формулам, приведенным в работе [1], определяют величину удельного объемного износа. Исследования проводили на атомно-силовом микроскопе NT-206 (Беларусь). Использовали как обычные кремниевые зонды, так и алмазные зонды на стальной консоли.

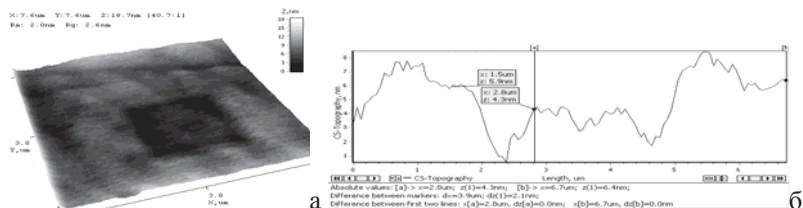


Рис.1. АСМ-изображение следов износа: а – сплошной след на поверхности стекла с покрытием из полиметилметакрилата; б – профиль через дорожку износа

Определяли стойкость к износу наноразмерных слоев алюминия, серебра, золота, меди, оксида цинка, пленок полиметилметакрилата, полученных методом Ленгмюра – Блоджетт и твердых нитридных пленок. Для создания следа износа применяли как обычное сканирование с несколько завышенной нагрузкой, так и режим «сверления» (drilling) с повышенной скоростью движения зонда относительно поверхности.

1. Комплексный метод исследования структуры и механических свойств тонких износостойких покрытий с применением индентирования и атомно-силовой микроскопии / Т.А. Кузнецова, М.А. Андреев, Л.В. Маркова, С.А. Чижик// Материалы, Технологии, Инструменты. – 2006. –Т.11, № 1 С. 105-109.



Периодические изменения латеральных размеров элементарных ячеек на СТМ-изображениях пиролиитического графита

Р. В. Лапшин^{1,2}

¹НИИ Физических проблем им. Ф. В. Лукина, 124460, г. Зеленоград, Россия

²Московский институт электронной техники, 124498, г. Зеленоград, Россия

В ходе выполнения виртуальной распределённой калибровки по СТМ-изображению высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ, см. Рис. 1-3) [1] были обнаружены периодические изменения латеральных размеров элементарных ячеек (локальных калибровочных структур, ЛКС) в направлении “медленного” сканирования. Виртуальная распределённая калибровка выполнялась с применением методов особенность-ориентированного сканирования (ООС) [2]. Периодические изменения латеральных размеров ЛКС обнаружены по “осцилляциям” локального калибровочного коэффициента (ЛКК) $\bar{K}_y$ (Рис. 4). Осцилляции наблюдались как на прямом, так и на встречном изображениях, полученных в ходе обычного растрового сканирования.

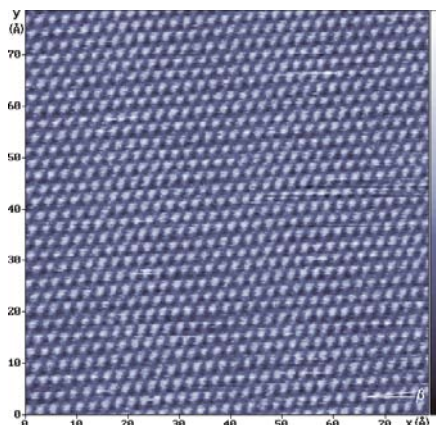


Рис. 1. СТМ-скан атомной поверхности пиролиитического графита (256×256 точек). Усреднённая постоянная кристаллической решётки $2.7 \text{ \AA}$ (относительная погрешности измерения 11%).

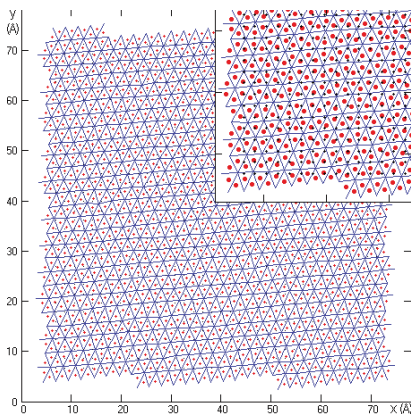


Рис. 2. Позиции ЛКС (“•”), для которых в ходе виртуальной распределённой калибровки получены ЛКК. Сплошной линией изображена траектория “перемещения зонда”. Исходная сетка 36×36 узлов (изображена символами “+”), шаг 6 позиций. Используемые особенности – атомы углерода.

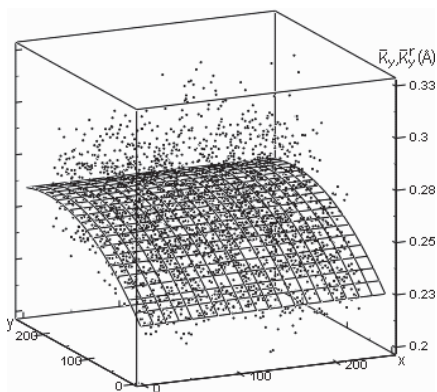


Рис. 3. Регрессионная поверхность 2-го порядка, проведённая через ЛКК $\bar{K}_y$.

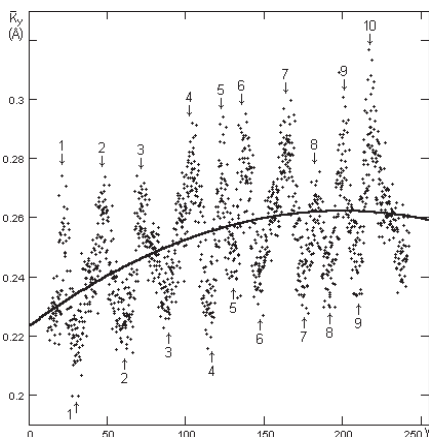


Рис. 4. Периодические осцилляции ЛКК $\bar{K}_y$ в направлении медленного сканирования.

Появление осцилляций обусловлено двумя причинами. Первая причина заключается в биениях (муаре), которые возникают при наложении периодической строчной структуры раstra на периодическую структуру атомного рельефа поверхности. Вторая причина обусловлена силовым взаимодействием между иглой СТМ и сканируемой поверхностью. В ходе реального ООС латеральные погрешности измерения рельефа, вызываемые упомянутыми биениями и взаимодействиями, устраняются операцией скиппинга особенностей [2].

Измерения выполнены на СТМ Солвер™ Р4 (НТ-МДТ, Россия) на воздухе при комнатной температуре. В качестве иглы использовалась проволока NiCr диаметром 0.3 мм, срезанная механически.

Метод виртуальной распределённой калибровки позволяет обнаружить, охарактеризовать и удалить биение из СТМ-изображения. Метод может применяться для определения механических, температурных и др. деформаций в кристаллах. В частности, с помощью данного метода возможно определения рабочих параметров сканирования (туннельный ток и напряжение смещения), при которых силовое латеральное воздействие зонда на поверхность будет минимальным.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (15-08-00001) и Министерства образования и науки РФ (14.429.11.0002, RFMEFI57814X0009).

1. R. V. Lapshin, Drift-insensitive distributed calibration of probe microscope scanner in nanometer range: Approach description, Virtual mode, Real mode, 2015 (статьи отправлены в редакцию, www.niifp.ru/staff/lapshin/#articles).
2. R. V. Lapshin, Nanotechnology, 2004, 15, 1135-1151 (www.niifp.ru/staff/lapshin/#articles).

Улучшенная аппроксимирующая модель петли гистерезиса для линейризации пьезосканера зондового микроскопа

Р. В. Лапшин^{1, 2}

¹НИИ Физических проблем им. Ф. В. Лукина, 124460, г. Зеленоград, Россия

²Московский институт электронной техники, 124498, г. Зеленоград, Россия

Гистерезис пьезосканера зондового микроскопа вносит заметную погрешность в измеряемый рельеф сканируемой поверхности [1]. Существует ряд довольно сложных аналитических моделей, описывающих явление гистерезиса. Одной из простых моделей является аналитическая модель, предложенная в работе [1]. В данной модели семейство петель гистерезиса описывается следующим параметрическим уравнением

$$\begin{aligned}x(\alpha) &= a \cos^m \alpha + b_x \sin^n \alpha, \\y(\alpha) &= b_y \sin \alpha,\end{aligned}\quad (1)$$

где α – действительный параметр ($\alpha=0\dots2\pi$); a – x -координата точки расщепления (см. Рис. 1); b_x , b_y координаты точки насыщения; m – целое нечётное число, определяющее кривизну петли гистерезиса ($m=1, 3, 5, \dots$); n – целое число, определяющее тип петли гистерезиса. При $n=1$ возникает петля типа “Лист”, при $n=2$ – петля типа “Месяц”, при $n=3$ – петля типа “Классическая” [1].

Основным изменением, внесённым в ранее предложенную модель ги-

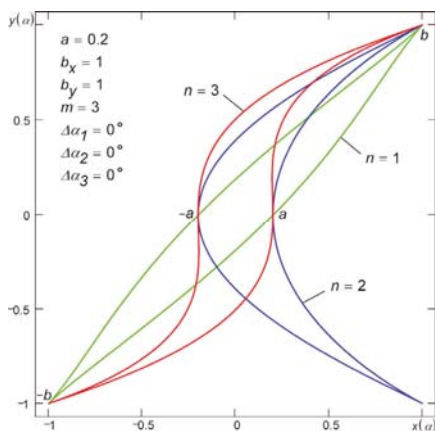


Рис. 1. Типы петель гистерезиса, поддерживаемые моделью.

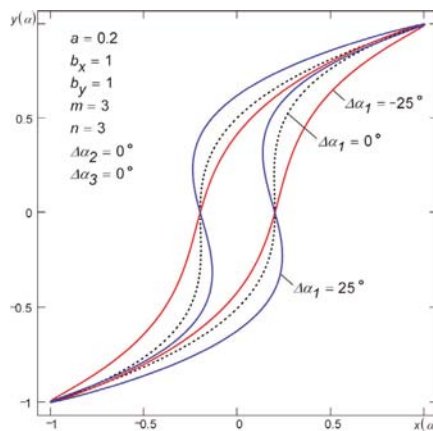


Рис. 2. Наклон петли гистерезиса с помощью фазового сдвига $\Delta\alpha_1$.

стерезиса (1), является введение фазовых сдвигов $\Delta\alpha_1, \Delta\alpha_2, \Delta\alpha_3$ [2]

$$\begin{aligned} x(\alpha) &= a^c \cos^m(\alpha + \Delta\alpha_1) + b_x^c \sin^n(\alpha + \Delta\alpha_2), \\ y(\alpha) &= b_y \sin(\alpha + \Delta\alpha_3), \end{aligned} \quad (2)$$

где a^c, b_x^c скорректированные параметры a, b_x , соответственно.

Фазовый сдвиг $\Delta\alpha_1$ позволяет наклонять петлю гистерезиса, изменяя угол наклона петли в точке расщепления a (см. Рис. 2). Фазовые сдвиги $\Delta\alpha_2$ и $\Delta\alpha_3$ позволяют изменять кривизну петли гистерезиса (см. Рис. 3). Влияние этих сдвигов на кривизну петли примерно одинаковое. В отличие от параметра m введение фазового сдвига $\Delta\alpha_2$ или $\Delta\alpha_3$ обеспечивает плавное изменение кривизны петли. Вывод рабочих формул скорректированных параметров петли a^c и b_x^c дан в [2]. Как и в модели (1), в модели (2) обратная функция, используемая для компенсации гистерезиса пьезосканера, получается простой заменой обозначения $x(\alpha)$ на $y(\alpha)$, $y(\alpha)$ на $x(\alpha)$.

Главной отличительной чертой модели (2) является её простота. Модель интуитивно понятна, она позволяет быстро создавать петли гистерезиса требуемого типа и легко определять параметры этих петель. Модель (2) охватывает большую часть известных типов симметричных петель гистерезиса, с её помощью можно строить гладкие, кусочно-линейные, гибридные, зеркально-отражённые, обратные и двойные петли [1, 2].

Погрешность аппроксимации петли гистерезиса улучшенной моделью (2) не превышает 1%, что в несколько раз меньше погрешности модели (1), использовавшейся ранее. Помимо СЗМ, усовершенствованную модель (2) петли гистерезиса удобно применять при решении задач имитационного моделирования приборов, включающих в себя звенья с гистерезисом.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (15-08-00001) и Министерства образования и науки РФ (14.429.11.0002, RFMEFI57514X0012).

1. R. V. Lapshin, Review of Scientific Instruments, 1995, 66, 4718-4730 (www.niifp.ru/staff/lapshin/#articles).

2. Р. В. Ланшин, Петля гистерезиса, Рабочий лист Маткада, 2015 (www.niifp.ru/staff/lapshin/#downloads).

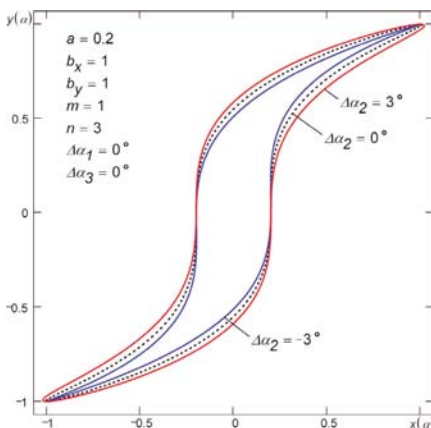


Рис. 3. Плавное изменение кривизны петли гистерезиса с помощью фазового сдвига $\Delta\alpha_2$. Фазовый сдвиг на $\Delta\alpha_3 = -\Delta\alpha_2$ даёт примерно такой же эффект.

Зондовая микроскопия эпитаксиальных структур из металлов: морфология и магнитные свойства

Г.М. Михайлов, Л.А. Фомин, И.В. Маликов, А.В. Черных

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Применения зондовой микроскопии для различных исследовательских и прикладных приложений широко известны. Их многочисленность подтверждает уникальность метода, а также возможность использования его во многих, казалось бы, малосвязанных между собой областях знаний. В настоящем докладе приводятся примеры применения зондовой микроскопии на количественном уровне для исследования эпитаксиальных структур из металлов - морфологии поверхности и магнитных свойств. Такие исследования мотивированы все возрастающим применением эпитаксиальных структур из металлов в электронике, особенно, учитывая все уменьшающиеся размеры используемых элементов, или, например, в магнитоэлектронике - новые элементы магнитной памяти и твердотельных генераторов электромагнитного излучения.

Известно, что проводник электричества не будет сопротивляться протеканию тока, если обладает трансляционной симметрией. Однако такую симметрию могут нарушить тепловые колебания, а также статические дефекты, нарушающие кристаллическое строение - точечные, линейные и планарные дефекты. Хотя подобные явления хорошо известны, остается вопрос применительно к электронике - с каких размеров металлического проводника нет необходимости учитывать свойства, присущие его объему, например, объемную удельную проводимость, но следует изучать характеристики его шероховатой поверхности, которые и формируют главный канал диссипации тока? В таких условиях проводники малого размера уже нужно рассматривать как шероховатые волноводы для электронных волн, а определяющим проводящие свойства становится морфология границ раздела проводника. Экспериментальные исследования проводимости показывают, что характерный поперечный размер для таких условий при нормальной температуре составляет величину около 10 нм.

Применение зондовой микроскопии дает прямую информацию о морфологии, в частности, топографии поверхности пленочных структур в виде зависимости профиля поверхности от координат вдоль поверхности $z(x,y)$ с дальнейшим его численным Фурье-преобразованием. Используя эти численные данные можно определить спектральную плотность флуктуаций как квадрат модуля Фурье-образа $z(x,y)$, который пропорционален вероятности присутствия гармоник с данным волновым вектором вдоль поверх-

ности в измеренном профиле. Анализ этой функции позволяет определять статистические характеристики поверхности, в частности, к какому типу поверхностей - гауссову, фрактальному или смешанному типу принадлежит поверхность. В докладе приводятся примеры численного использования таких данных для характеристики поверхности и описания электронного волнового транспорта в металлических эпитаксиальных проводниках малого размера, когда основной канал рассеяния электронов определяется шероховатыми поверхностями раздела проводника.

Другим интересным и одновременно практически значимым применением является такая разновидность зондовой микроскопии как магнитосиловая микроскопия. Она используется для исследования магнитных состояний и их трансформаций в эпитаксиальных магнитных структурах, в том числе, во внешних магнитных полях, под действием спин-поляризованного тока, а также в зависимости от размеров и ориентации магнитной структуры относительно кристаллографических осей. Формирование магнитного контраста в процессе измерения методом магнитосиловой микроскопии определяется непростой интегральной зависимостью от магнитной структуры исследуемого объекта. По этой причине решение обратной задачи - определение пространственного, пусть в упрощенном 2d приближении, распределения намагниченности из данных сканирования магнитного контраста или серий подобных сканов, является хоть и желаемой, но трудно выполнимой задачей. Реализуется другой подход - с использованием численного моделирования на основе метода микромагнетизма и с учетом при необходимости внешнего магнитного поля или протекающего через структуру спин-поляризованного тока определяется магнитное строение, а с его использованием вычисляется магнитный контраст и сопоставляется с экспериментом. В докладе приводятся примеры подобного исследования ферромагнитных эпитаксиальных структур методами магнитосиловой микроскопии и микромагнетизма для объяснения магнитных свойств, размерных зависимостей магнитных состояний, включая влияние внешнего магнитного поля и спин-поляризованного тока, для эпитаксиальных структур из железа разной симметрии, геометрической формы и размеров.

В результате реализованных методик и экспериментальных подходов приводятся успешные примеры по применению зондовой микроскопии на количественном уровне для исследования достаточно сложных процессов в эпитаксиальных структурах из металлов, таких как электронный транспорт в малых металлических проводниках и их магнитные свойства.

Исследование морфологии поверхности эластомеров методами электронной и зондовой микроскопии

Т.И. Муравьёва¹, О.О.Столярова¹, А.В.Морозов¹, Р.В.Гайнутдинов²,
Д.Л.Загорский^{1,2}

¹Институт проблем механики им. А.Ю.Ишлинского РАН,
119526, г. Москва, пр. Вернадского 101, к.1, Россия

²Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН,
119333.г.Москва, Ленинский пр-т,59

Работа посвящена исследованию одного из основных видов эластомеров - резины, применяемой для изготовления автомобильных покрышек. Важнейшее направление здесь - изучение изменений, происходящих на поверхности резины в результате контакта с дорожным покрытием.

Объектом исследования являлись резиновые компаунды до и после трибологических испытаний. Трибологические испытания резин проводились на машине трения UMT-2 по схеме торцевого верчения в диапазоне давлений 0.1-0.4 МПа и скоростей скольжения 1-200 мм/с. Целью микроскопических исследований было изучение контактной поверхности резины, причём для изучения подповерхностных слоёв делались геологические (торцевые) срезы.

Основными методами исследования поверхности резиновых образцов были оптическая, электронная и зондовая микроскопия. Оптическая микроскопия позволила качественно оценить состояние поверхности и использовалась для предварительного выбора участка для последующего изучения методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии. Применялось следующее оборудование:

- оптический микроскоп «Neophot-2» с системой визуального наблюдения и анализа изображения в цифровом и цветовом формате «Image Scope Color»,
- электронный сканирующий микроскоп «Philips SEM 505» (ускоряющее напряжение 20 кВ) с системами наблюдения изображения в цифровом формате «Image Scope» и рентгеновского микроанализа «Genesis 2000 XMS 60 SEM»,
- атомно-силовые микроскопы Solver P-47 и AIST Smart SPM.

Для электронномикроскопических исследований на поверхности резины создавался электропроводящий слой (из золота) -при этом использовалась установка магнетронного напыления SPI.

Электронная микроскопия применялась не только для изучения рабочей поверхности, но и геологических срезов - последнее даёт информацию о состоянии подповерхностных слоёв - Рис.1-слева. Изображение подповерхностного дефекта представлено на Рис.1-справа. Такой анализ позволяет оценить толщину дефектного слоя. Отметим, что внутренние дефекты могут располагаться и на больших глубинах, хотя природа их появления пока до конца не установлена.

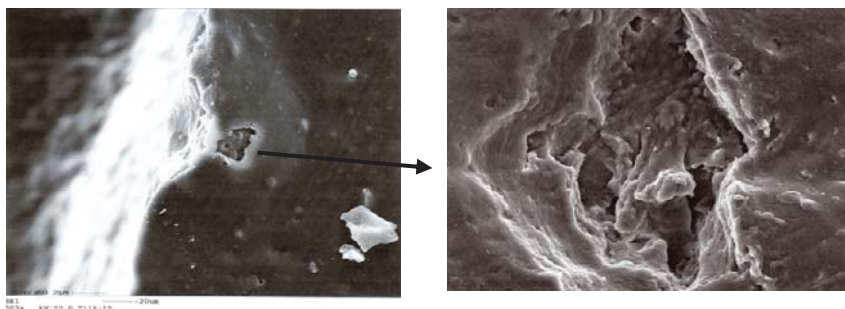


Рис. 1. Слева - торцевой срез образца резины после трибологических испытаний (длина кадра-200 мкм). Справа - детальное изображение подповерхностного дефекта.

АСМ - измерения проводились в режиме тэйпинга. На поверхности обнаружены бороздки трения (Рис.2-справа). Такие же бороздки получены на СЭМ -(Рис.2-слева).

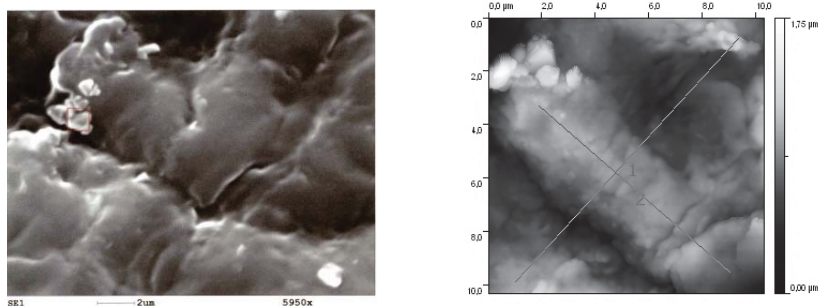


Рис.2. Слева - СЭМ изображение бороздок трения (длина кадра-20 мкм). Справа-АСМ изображение бороздок трения. (размер кадра- 10 мкм).

В работе также была оценена возможность АСМ - микроскопии для зондового исследования поверхности. Так, анализ силовых кривых «подвода-отвода» позволил сделать вывод об адгезионных характеристиках поверхности. Изучение вибрационных характеристик зонда, находящегося в контакте с поверхностью, позволило оценить упругость последней [1]. Таким образом, в работе были изучены поверхность и подповерхностные дефекты, показана эффективность использования метода АСМ для оценки адгезионных и упругих свойств поверхности эластомера.

Работа поддержана грантом РФФ 14-29-00198.

1. Д.В.Лебедев, А.А.Бухараев и др.//Измерение модуля Юнга биологических объектов в жидкой среде с помощью спец. зонда АСМ //Письма в ЖТФ.2009. т.35.вып.8,с.54-61.

Оценка влияния размеров зонда на параметры морфологии пленок кремния с полусферическими зернами (HSG-Si), получаемые методом атомно-силовой микроскопии

А.В. Новак^{1,2}, В.Р.Новак³

¹ Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград, Россия

² ОАО «Ангстрем», г. Зеленоград, Россия

³ ФГУП «НИИ Физических проблем им. Ф.В.Лукина», г. Зеленоград, Россия

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) является эффективным методом исследования поверхностей [1], поскольку позволяет получать различные количественные характеристики морфологии поверхности, характеризующие шероховатость, пространственные и корреляционные свойства поверхности. Однако, получаемое АСМ-изображение фактически является «сверткой» зонда и исследуемой поверхности [2], поэтому АСМ-изображение является в некоторой степени искаженным изображением исходной поверхности, и степень искажения тем меньше, чем острее зонд. Соответственно, характеристики морфологии рассчитанные из АСМ, также отличаются от характеристик для реальной поверхности. Поэтому оценка влияния «степени остроты» зонда на количественные характеристики морфологии, получаемые из АСМ-изображений, является важной задачей.

Ранее [1], посредством моделирования, исследовалось влияние размеров зонда для модельной «Гауссовой» поверхности на некоторые параметры: среднеквадратическую шероховатость - S_q и корреляционную длину - S_{al} .

В данной работе для пленок поликристаллического кремния с полусферическими зернами (HSG-Si) изучается влияние размеров зонда на основные параметры, определяемые ISO 25178-2:2012 (амплитудные и пространственные параметры (S_q , S_{al} , S_v , S_p , S_z), а также S_{dr} - относительное приращение площади поверхности). Пленки HSG-Si, имеющие сильно развитую поверхность, площадь которой в два раза превышает площадь плоской поверхности, используются в DRAM конденсаторах [3].

Из АСМ-изображений HSG-Si пленки, измеренных разными зондами, рассчитывались изображения зондов (алгоритм «слепой» деконволюции [2]), а также были построены модельное изображение HSG-Si пленки (Рис. 1) и набор моделей зондов с конической и параболической формой. Далее проводилась эмуляция сканирования модельной поверхности пленки HSG-Si модельными зондами, в результате чего были найдены зависимости параметров S_{dr} , S_q , S_{al} , максимальной высоты рельефа S_z , высоты самого высокого пика S_p , глубины самой глубокой впадины S_v от размеров зонда.

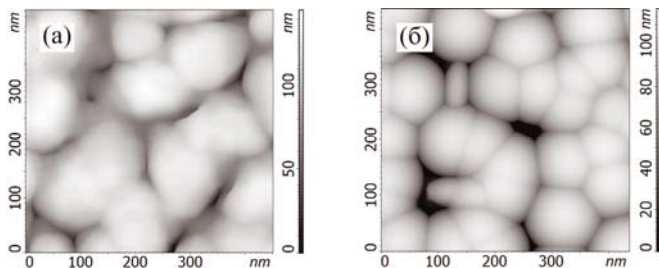


Рис. 1. АСМ-изображения HSG-Si пленки: а) измеренной и б) построенной модели

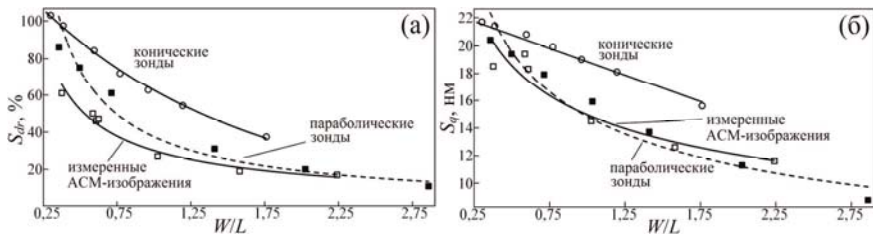


Рис. 2. Зависимости: а) S_{dr} и б) S_q от W/L (при высоте $L = 40$ нм) в случае реальной HSG-Si пленки и ее модели, для зондов с конической и параболической формой

Для характеристики «степени остроты» зонда был выбран параметр, определяемый как отношение ширины острия зонда к его высоте – W/L при $L = 40$ нм, что соответствует $L \approx 2 \times S_{q0}$ (S_{q0} – исходное значение). Для набора измеренных АСМ-изображений, имеющих S_{dr} от 80% до 17% были рассчитаны значения W/L для соответствующих им зондов.

Найдено, что при увеличении отношения W/L от 0.36 до 2.86, это соответствует увеличению радиуса острия зонда от 0.6 до 41 нм для параболических зондов, происходит уменьшение параметров: S_{dr} с 80 ÷ 90% до 10 ÷ 20% (Рис. 2.а), S_q с 20.4 до 8.75 нм (Рис. 2.б), S_z с 117.8 до 53.3 нм, S_p с 33.1 до 21.7 нм, S_v с 84.7 до 31.6 нм; и увеличение S_{al} от 32.4 до 37.8 нм. Зависимости S_{dr} и S_q от W/L для экспериментальных АСМ-изображений более близки к модели, соответствующей сканированию с параболическими зондами и сильно отличаются от модели с коническими зондами. Изменение АСМ параметров объясняется тем, что с увеличением размеров острия зонда его способность к проникновению уменьшается.

Таким образом, найдено, что наиболее чувствительным параметром к «степени остроты» зонда является приращение площади поверхности S_{dr} , а корреляционная длина S_{al} , наоборот является наименее чувствительным.

1. Chunmei Wang, Hiroshi Itoh. Meas. Sci. Technol., 2013, Vol. 24, 035401.
2. P. M. Williams et al. J. Vac. Sci. Technol. B, 1996, Vol. 14, N 2, P. 1557-1562.
3. А.В. Новак, В.Р. Новак. Письма в ЖТФ, 2014, том 40, выпуск 13, 18-26.

Изучение эволюции морфологии поверхности при росте пленок плазмохимического нитрида кремния посредством атомно-силовой микроскопии

А.В. Новак^{1,2}, В.Р.Новак³

¹ Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград, Россия

² ОАО «Ангстрем», г. Зеленоград, Россия

³ ФГУП «НИИ Физических проблем им. Ф.В.Лукина», г. Зеленоград, Россия

Пленки плазмохимического (PECVD) нитрида кремния (SiN) широко используется в микроэлектронике, нанoeлектронных устройствах, и микро- и нанoeлектромеханических системах (MEMS, NEMS) [1]. В производстве интегральных схем плазмохимический нитрид кремния используется как: слой пассивации для кремниевых приборов, изоляционный слой и конденсаторный диэлектрик. В системах MEMS, NEMS плазмохимический SiN широко применяется за счет превосходных механических свойств.

Поскольку многие физико-химические свойства тонких пленок существенно зависят от морфологии, шероховатости и структуры поверхности [2], то представляется важным изучение влияния условий формирования и роста пленок SiN на морфологию поверхности для контролируемого получения пленок с заданными свойствами поверхности.

В настоящей работе изучается эволюция морфологии поверхности при росте толщины пленок плазмохимического SiN на основе использования скейлингового анализа изображений поверхности [3], полученных посредством атомно-силовой микроскопии (АСМ). Пленки SiN получали методом химического парофазного осаждения, стимулированного плазмой (PECVD), из газовой смеси силана SiH₄ и аммиака NH₃. Температура осаждения составляла 350°C, давление 1.43 Торр. Время осаждения варьировали от 8 до 55 минут, что соответствует толщине от 110 до 820 нм.

На Рис. 1 приведены АСМ-изображения (500 нм × 500 нм) пленок плазмохимического SiN с толщинами d : 110, 210, 350, 525, 820 нм. Для АСМ-изображений пленок SiN с различной толщиной d рассчитывались корреляционные функции высота-высота $H(r, d)$.

Найдено, что для пленок SiN корреляционные функции (Рис. 2.а) имеют вид, характерный для самоаффинной поверхности [3,4]: $H(r) \sim r^{2\alpha}$ при $r \ll \xi$ и $H(r) \approx 2w^2$ при $r \gg \xi$, где α – показатель шероховатости, ξ – латеральная корреляционная длина, w – ширина интерфейса (среднеквадратическая шероховатость, $w \equiv S_q$). Т.е. пленки плазмохимического SiN описываются в рамках модели самоаффинного скейлинга [3,4]. Найдено из функций $H(r)$,

что показатель шероховатости $\alpha \approx 0.90$ и не зависит от толщины осажденной пленки. Несовпадение начальных участков функций $H(r, d)$ указывает на то, что рост пленок SiN является не стационарным, и при росте толщины пленки происходит изменение локального наклона поверхности [3].

Из семейства функций $H(r, d)$ найдены зависимости ширины интерфейса $w(d) \sim d^\beta$, корреляционной длины $\zeta(d) \sim d^{1/z}$ от толщины пленки d и скейлинговые коэффициенты: показатель роста $-\beta$, динамический коэффициент $-1/z$, характеризующие динамику роста (Рис.2.6).

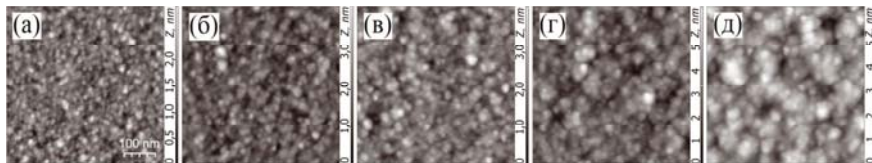


Рис. 1. АСМ-изображения пленок SiN различной толщины: а) 110 нм, б) 210 нм, в) 350 нм, г) 525 нм, д) 820 нм.

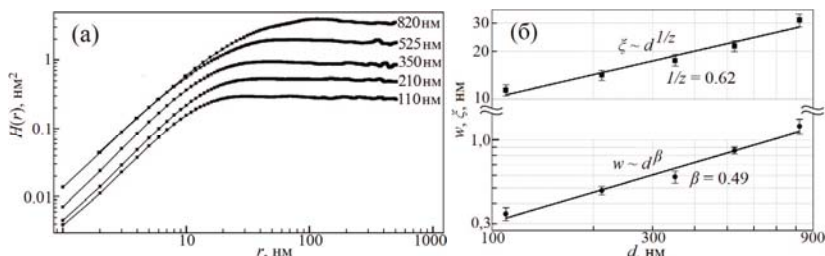


Рис. 2. а) корреляционные функции высота-высота $H(r)$ для пленок SiN различной толщины, б) зависимости ширины интерфейса $w(d)$ и корреляционной длины $\zeta(d)$ от толщины пленки SiN.

При росте толщины пленки плазмохимического SiN от 110 до 820 нм происходит возрастание корреляционной длины ζ с 11.4 до 31.3 нм и ширины интерфейса w с 0.34 по 1.22 нм (Рис. 2.6). Динамика роста характеризуется скейлинговыми коэффициентами: показателем роста $\beta = 0.49$, динамическим коэффициентом $1/z = 0.62$. Найдено, что для пленок плазмохимического SiN не выполняется условие динамического скейлинга ($1/z = \beta/\alpha$).

1. Liu Liang, Liu Wei-guo et al. Defence Technology, 2013, Vol. 9, 121-126.
2. Chunmei Wang, Hiroshi Itoh. Meas. Sci. Technol., 2013, Vol. 24, 035401.
3. M. Pelliccione, T.-M. Lu. Evolution of Thin Film Morphology. Modeling and Simulation, Springer New York, 2008.
4. А.В. Новак, В.Р. Новак. Письма в ЖТФ, 2014, том 40, выпуск 13, 18-26.

АСМ- и диэлектрические исследования предпереходной динамики доменной структуры

Г.И. Овчинникова¹, И.Ю. Полякова¹, А.П. Еремеев², Е.С. Иванова²,
Н.В. Белугина², Р.В. Гайнутдинов², А.Л. Толстихина²

¹ Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова,
119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, Россия

² Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
119333, г. Москва, Ленинский просп. 59, Россия

В последние годы растет интерес к исследованию динамики доменной структуры и макроскопических диэлектрических свойств в предпереходных областях сегнетоэлектрических фазовых переходов. В данной работе приводятся результаты исследования диэлектрических спектров в широком диапазоне частот и доменной структуры классического сегнетоэлектрического кристалла TGS методом атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Кристаллы TGS ($\text{N}^+\text{H}_3\text{CH}_2\text{COOH})_2(\text{N}^+\text{H}_3\text{CH}_2\text{COO}^-)\text{SO}_4^{2-}$ были выращены в ИК РАН методом изотермического испарения при $T > T_C = 49,5$ С. Подготовку и изучение поверхности свежего скола (010) кристаллов проводили в условиях чистой зоны «TRACKPORE ROOM-05» на приборе Ntegra prima (НТ-МДТ). Методом микроскопии пьезоотклика изучали температурную динамику доменной структуры. Диэлектрические спектры, т.е. температурно-частотные зависимости действительной $\epsilon'(\omega)$ и мнимой $\epsilon''(\omega)$ частей диэлектрической проницаемости, измеряли в диапазоне частот от 10^1 до 10^{11} Hz и температур от комнатной до T_C . Для этого использовали три установки для разных диапазонов частот. Комплексную диэлектрическую проницаемость измеряли при ступенчатом нагреве в условиях стабилизации температуры в интервале 293 – 330 К. Диэлектрические спектры, измеренные в окрестности T_C в диапазоне частот от десятков герц до десятков гигагерц, рассчитывались с учетом вклада ориентационной поляризации за счет вращения диполей в вязкой среде (модель Дебая) и прыжковой проводимости протонов разупорядочивающейся протонной подрешетки за счет дрейфа квазисвободных носителей в вязкой среде (модель Друде).

Получены экспериментальные частотные зависимости $\epsilon'(\omega)$ и $\epsilon''(\omega)$ при температурах от 40 до 49 °С. Они демонстрируют наличие диэлектрической дисперсии дебаевского типа на сравнительно низких частотах и резонансный отклик в области мегагерц. Эти диэлектрические спектры вместе со спектрами, измеренными в диапазоне микроволн, анализируются с учетом вклада в дисперсию как ориентационной составляющей, так и проводящей. Механизм проводящей составляющей диэлектрической дисперсии оказывается различным в зависимости от частотного диапазона. На низких ча-

стотах это сквозная проводимость, а в диапазоне микроволн, где основной вклад в дисперсию дают дрейфующие вдоль поля протоны с временами, соизмеримыми с периодом внешнего поля, – динамическая проводимость. Вклад проводимости в диэлектрические спектры сильно зависит от температуры кристалла, увеличиваясь при нагреве до 45° С, соответствующей активной перестройке доменной структуры.

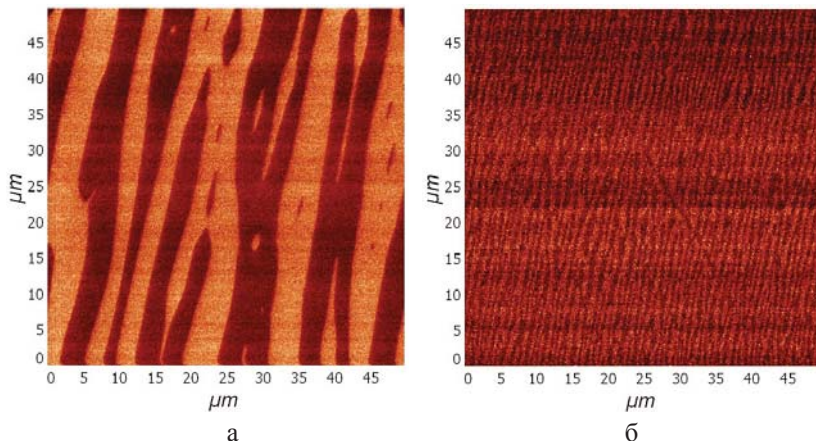


Рис. 1. Изображение доменной структуры кристаллов TGS при температуре 30 °С (а) и в области фазового перехода ~ 48°С (б). Микроскопия пьезоотклика.

Описанные процессы четко коррелируют с измеренной в том же температурном интервале динамикой доменной структуры, которая состоит в том, что с ростом температуры в кристаллах TGS идет постепенный рост числа доменов, их продольное укрупнение при уменьшении поперечных размеров (рис.1). Дальнейший рост температуры приводит уже к разрушению регулярной структуры, к ее измельчению в непосредственной близости и в самом фазовом переходе при 49,5 С.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки.

Туннельная микроскопия слоистых кристаллов GaSe

А.М. Пашаев, Б.Г. Тагиев, Р.А.Ибрагимов, А.А. Сафарзаде.

Национальная Академия Авиации Азербайджана, НИИ ТАКП, Бина 25 км. Баку

Были проведены исследования поверхности слоистых кристаллов GaSe методом силовой туннельной микроскопии (СТМ). Полученные дискретные спектры туннельного тока при малых значениях напряжения смещения могут быть использованы в определении энергетических уровней поверхности слоистых кристаллов.

Исследования проводились методами СТМ в комнатных условиях на сколотой поверхности слоистых полупроводниковых кристаллах типа GaSe полученные методом Бриджмена на поверхности (0001). Исследуемые поверхности кристаллов были получены методом скола. Для получения омического контакта на обратную сторону исследуемой поверхности припаивалась медная проволока. Исследуемый образец устанавливался на сканирующий столик туннельного микроскопа не позднее 2мин. после скола.

На рис.1 показаны СТМ образы рельефа и туннельного тока при напряжении смещения $-0,05\text{В}$ и скорости сканирования при прямом и обратном ходе $5,2\text{ мкм/сек}$ на поверхности $5,5\text{ мкм}^2$. Разность высот рельефа при СТМ сканировании составил не более 12нм . Как видно из СТМ рельефа отклонение по высоте (рис.1(а)) составляет не более 12нм в области $5,5\text{ мкм}^2$, что говорит о атомарно гладкой поверхности полупроводниковых слоистых материалов типа GaSe полученных после скола.

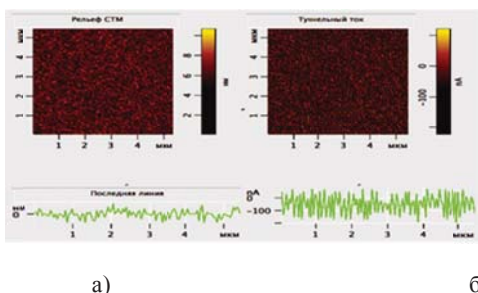


Рис.1. СТМ образ рельефа и СТМ образ туннельного тока поверхности полупроводникового кристалла GaSe.

Несмотря на сложность учета всех факторов влияющих на вид кривых полупроводниковых материалов в обычных условиях, нами были получены

количественно отличающиеся фиксированные значения туннельного тока (рис.2(б)). Иными словами, между выбранной поверхностью исследуемого полупроводникового материала и зондом при СТМ были отмечены отдельные фиксированные (квантованные) значения туннельного тока.

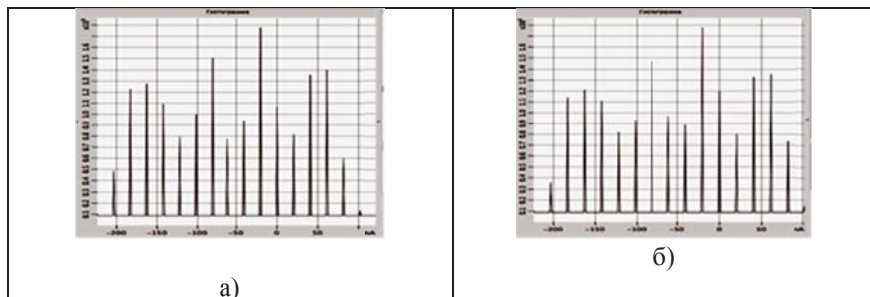


Рис.2 Гистограмма количественного взаимодействия туннельного тока: а)- при напряжении смещения $-0,02\text{В}$ (туннелирование из образца в зонд т.е. из занятых энергетических состояний поверхности образца) и б)- при напряжении смещения $+0,02\text{В}$ (туннелирование из зонда в образец т.е. в имеющиеся на поверхности свободные энергетические состояния).

Этим квантованным значениям туннельного тока соответствует определенное количество взаимодействий при сканировании заданной поверхности (рис.2).

Наличие квантованного спектра туннельного тока и совпадение ее определенных пиков, как при прямом, так и при обратном смещении, дают основания предполагать о возможности использования данной методики в исследовании энергетических состояний выбранной поверхности слоистого полупроводникового кристалла, полученных методом скола в обычных условиях. Нетрудно предположить, что по значениям туннельного тока можно определить плотность электронных состояний как наивысших заполненных, так и низших свободных энергетических состояний образца.

Выводы

Наличие квантованного спектра туннельного тока и количественное совпадение ее определенных пиков при прямом, так и обратном смещении, дают основания использовать данную методику в исследовании энергетических характеристик выбранной поверхности слоистого полупроводникового кристалла, непосредственно после скола в обычных комнатных условиях.

Исследование мемристорной структуры на основе вертикально ориентированных углеродных нанотрубок с использованием сканирующей зондовой микроскопии

М.В. Рубашкина, Ю.Ф. Блинов, В.А. Смирнов, О.А. Агеев, В.В. Полякова

Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Южный федеральный университет, 347922, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2, корп «Е», Россия

Традиционная кремниевая технология создания элементов памяти имеет фундаментальный физический предел масштабируемости, что препятствует разработке ячеек памяти с размерами в несколько нанометров. В связи с этим, актуальной задачей современной электроники является исследование и разработка альтернативных видов памяти, отвечающих условиям энергоэффективности, надежности, быстродействия, а также совместимости с существующими технологическими процессами кремниевой технологии. Перспективным материалом для создания наноразмерных ячеек памяти являются вертикально ориентированные углеродные нанотрубки (ВОУНТ), которые благодаря уникальным электромеханическим свойствам проявляют мемристорный эффект [1, 2]. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является перспективным методом исследования мемристорных структур с высокой точностью и достоверностью.

Целью работы является исследование мемристорной структуры на основе ВОУНТ с использованием СЗМ.

Экспериментальная мемристорная структура представляла собой вертикально ориентированную углеродную нанотрубку диаметром 92 нм и высотой 2 $\mu\text{м}$, выделенную из массива ВОУНТ с плотностью 8 $\mu\text{м}^{-2}$ методом сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), кремниевую подложку с нижним электродом и верхний электрод – вольфрамовый зонд сканирующего туннельного микроскопа (рис. 1а). Массив ВОУНТ был выращен на модуле плазмохимического осаждения из газовой фазы нанотехнологического комплекса НАНОФАБ НТК-9 (НТ-МДТ, Россия). Процесс переключения сопротивления мемристорной структуры исследовался в режиме СТМ-спектроскопии при расстоянии между зондом СТМ и ВОУНТ от 0,2 до 2 нм и при приложении пилообразного и прямоугольного импульсов напряжения длительностью 1 с и амплитудой от $\pm 0,1$ до ± 10 В с использованием сканирующего зондового микроскопа Solver P47 Pro (НТ-МДТ).

В результате исследований было установлено, что при приложении к мемристорной структуре пилообразного импульса напряжения (как положительного, так и отрицательного) с амплитудой менее 4 В переключение

сопротивления не наблюдается, с амплитудой более 4 В соотношение сопротивлений в высокоомном и низкоомном состояниях структуры (R_{HR}/R_{LR}) увеличивается с ростом напряжения и при 10 В превышает 25 (рис. 16). Изменение величины зазора между ВОУНТ и зондом СТМ от 0,2 до 2 нм при фиксированном значении напряжения также приводит к росту соотношения R_{HR}/R_{LR} . Однако при зазоре, равном 2 нм, соотношение R_{HR}/R_{LR} начинает уменьшаться.

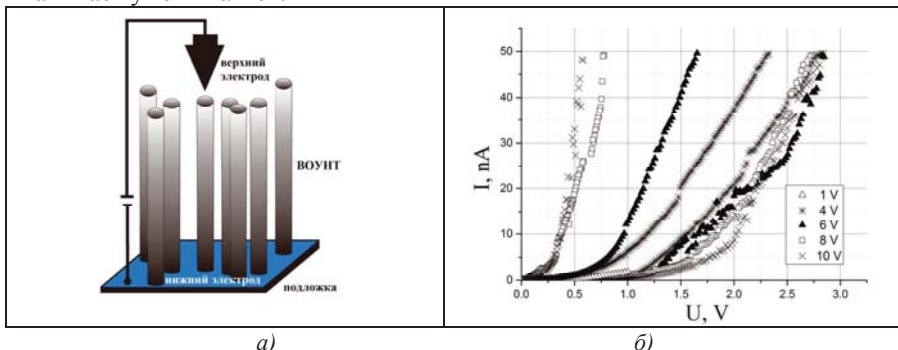


Рис. 1. Исследование мемристорной структуры на основе ВОУНТ: а) схематическое изображение; б) вольтамперные характеристики структуры с зазором 1 нм при приложении пилообразного импульса напряжения с разной амплитудой.

При приложении прямоугольного импульса положительного напряжения («+» на зонде) с амплитудой от 0,1 до 10 В ток в мемристорной структуре с зазором между ВОУНТ и зондом СТМ менее 1,5 нм не протекает. При отрицательном напряжении («-» на зонде) при амплитуде 0,1 В фиксируется высокий ток (> 50 нА). При увеличении зазора до 2 нм при положительном напряжении начинает протекать ток, значение которого увеличивается с ростом прикладываемого напряжения (при напряжении 10 В ток ~ 10 нА).

Наблюдаемые эффекты переключения сопротивления мемристорной структуры на основе ВОУНТ связаны с процессами деформации нанотрубки под действием внешней напряженности электрического поля и возникновением в нанотрубке пьезоэлектрического заряда [2]. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления элементов энергоэффективной памяти и электронных переключателей на основе ВОУНТ.

1. О.А. Агеев, Ю.Ф. Блинов, О.И. Ильин, А.С. Коломийцев, Б.Г. Коноплев, М.В. Рубашкина, В.А. Смирнов, А.А. Федотов. ЖТФ, 2013, Т.83, №12, 128-133.
2. О.А. Агеев, Ю.Ф. Блинов, О.И. Ильин, Б.Г. Коноплев, М.В. Рубашкина, В.А. Смирнов, А.А. Федотов. ФТП, 2015, №4, 807-813.

Влияние нанодисперсной фазы на морфологию поверхности полимерных мембран

Т.С. Сазанова, О.Н. Шарыгина, И.В. Воротынцев

*Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
г. Н. Новгород, Россия*

В настоящее время, широкое применение в различных областях науки и техники находят мембранные методы. В связи с этим возникает необходимость создания мембран, обладающих улучшенными транспортными и физико-химическими свойствами. Одним из наиболее актуальных методов приготовления усовершенствованных мембран является создание полимерных матриц с нанодисперсной фазой.

Целью настоящей работы являлось изучение влияния нанодисперсной фазы на морфологию поверхности полимерных мембран. Исследовались такие материалы, как пленки поливинилового спирта и полисульфона, модифицированные наночастицами золота, фуллеренамом, фуллеренолом, углеродными нанотрубками. Кроме того, были изучены блок-сополимеры поливинилового спирта и хитозана, а также блок-сополимеры аминокэфиров борной кислоты и полиэтиленгликоля с 4,4'-дигидрокси-2,2-дифенилпропаном и блок-сополимеры оксида пропиленс с оксидом этилена с полифункциональными стабилизаторами активных концевых полиизоцианатных звеньев, в качестве которых был использован полиэдральный олигомерный силсесквиоксан (ПОСС).

Для исследования использовался метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) в режиме модуляции силы (force modulation). Этот метод основан на силовом взаимодействии зонда и поверхности образца. Зонд располагается на упругой консоли, которая изгибается под действием силы, действующей на него со стороны поверхности. Регистрируя величину изгиба, можно анализировать рельеф поверхности [1].

Используемый режим, режим модуляции силы, базируется на контактном режиме сканирования. Параметры колебаний кантилевера регистрируются при возбуждении колебаний в образце с постоянной амплитудой и частотой [1].

Исследование проводилось на воздухе при комнатной температуре на атомно-силовом микроскопе SPM-9700 (Shimadzu, Япония). Сканнер – 30 мкм. Были использованы кремниевые кантилеверы POINTPROBE FMR-20 S/N-71814F8L882 (Nano World Innovative Technologies) с коэффициентом жесткости 1,3 Н/м и типичным радиусом кривизны не более 8 нм (гарантировано - не более 12 нм).

Для каждого образца с различным содержанием нанодисперсной фазы были получены 2D- и 3D-изображения (рис. 1) и определено значение шероховатости, в ряде случаев были получены числовые значения размеров пор.

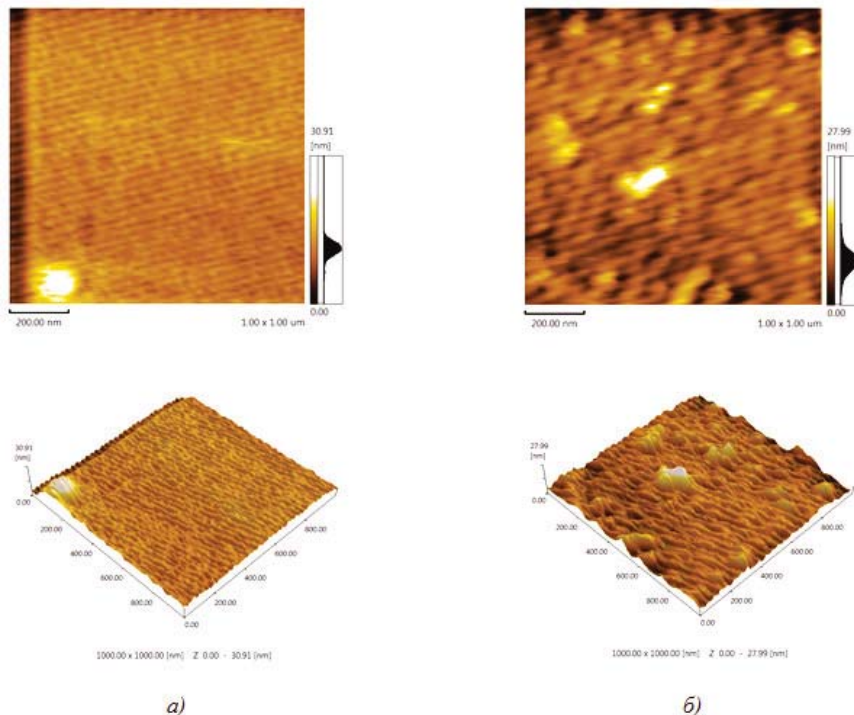


Рис. 1. 2D- и 3D-изображения АСМ блок-сополимеров оксида пропилена с оксидом этилена с содержанием ПОСС 1% (а), 5% (б).

Было показано, что нанодисперсные добавки значительно влияют на морфологию поверхности полимеров, что, в свою очередь, приводит к изменению их физико-химических свойств и газотранспортных характеристик.

Работа была выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания в сфере научной деятельности. Проект № 2897 от 19.03.2014 г.

1. В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии, 2004.

Особенности изменения рельефа поверхности холестерических пленок циклосилоксановых олигомеров при нагревании

О.В. Синицына¹, Г.Б. Мешков², А.Ю. Бобровский¹, И.В. Яминский^{1,2},
В.П. Шибаев¹

¹ Химический факультет, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, 119991, г. Москва, Ленинские горы, 1-3

² Физический факультет, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, 119991, г. Москва, Ленинские горы, 1-2

Холестерическая мезофаза характеризуется уникальной надмолекулярной спиральной структурой, наличие которой может приводить к образованию нанорельефа на поверхности. Особый интерес представляют холестерические пленки циклосилоксановых олигомеров с температурой стеклования $\sim 50^\circ\text{C}$, так как при охлаждении до комнатной температуры их сложная супрамолекулярная структура может быть «заморожена» в стеклообразном состоянии. Подобные холестерические пленки могут быть применены в качестве шаблонов для создания наноструктур с различными формами и размерами [1-3].

Ранее было показано, что рельеф поверхности пленок циклосилоксановых олигомеров при комнатной температуре зависит от термической предыстории образцов [4, 5]. Для объяснения этой зависимости в настоящей работе было проведено исследование пленок циклосилоксановых олигомеров (SilGreen) методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) при нагревании.

Основным элементом топографии пленок SilGreen являлись домены с рельефом в виде двойной спирали (рис. 1 а). При комнатной температуре домены имели форму конусов с высотой 10-15 нм (рис. 1 б). При нагреве пленки выше температуры стеклования до 60°C наблюдалось обращение формы доменов, которые становились вогнутыми с глубиной ~ 20 нм (Рис. 1 в). Дальнейший нагрев приводил к сглаживанию поверхности, форма доменов опять становится выпуклой с высотой 3-5 нм (Рис. 1 г). Рельеф в виде двойных спиралей сохранялся во всем диапазоне температур.

В докладе обсуждаются механизмы формирования рельефа поверхности в различных температурных диапазонах и возможные способы контроля данного процесса.

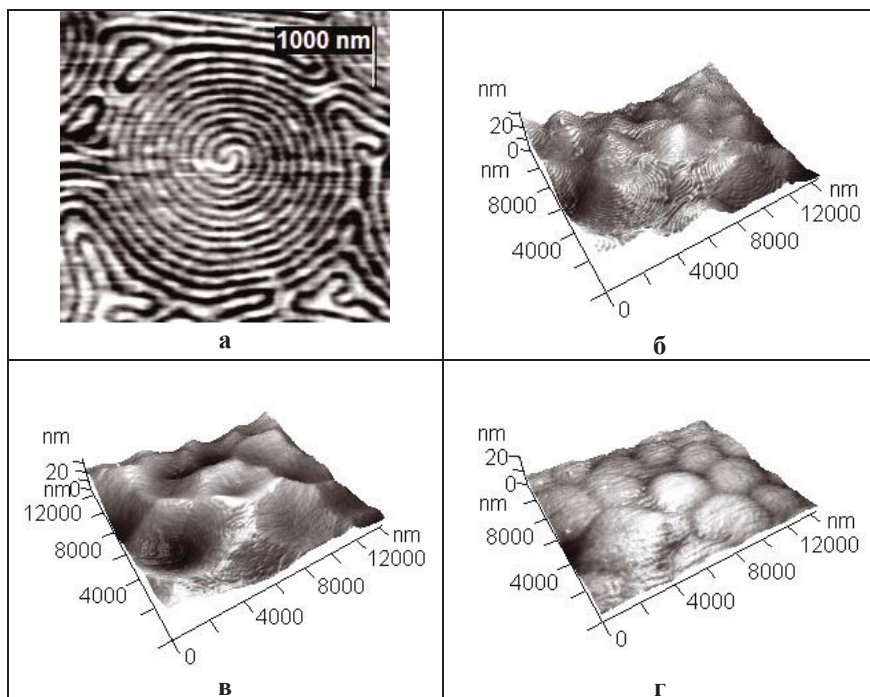


Рис. 1. Изображения АСМ (микроскоп «ФемтоСкан», Центр перспективных технологий) поверхности пленки SilGreen: а) комнатная температура, показан один домен с рельефом в виде двойной спирали; б) комнатная температура; в) 60°C; г) 80°C.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта №14-13-00379.

1. Mitov M, Portret C, Bourgerette C, Snoeck E, Verelst M. Nat Mater, 2002 1:229–231
2. Mitov M, Bourgerette C, de Guerville F. J Phys Condens Matter, 2004 16:S1981–S1988
3. Bitar R, Agez G, Mitov M. Soft Matter 2011, 7:8198–8206
4. O. Sinitsyna, A. Bobrovsky, I. Yaminsky, V. Shibaev. Colloid Polym Sci, 2014, 292, 1567–1575.
5. A. Bobrovsky, K. Mochalov, A. Chistyakov, V. Oleinikov, V. Shibaev. Macromol. Chem. Phys. 2012, 213, 2639–2646

Силовая и электрическая нанолитография с помощью сканирующего зондового микроскопа

А.Г. Темирязов

*Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники
им.В.А. Котельникова РАН, 141190 Московская обл., Фрязино, Россия*

Рассмотрены два вида модификации поверхности образца с помощью зонда атомно-силового микроскопа (АСМ): механическая обработка и изменение под воздействием электрического напряжения.

Под силовой литографией обычно понимают процарапывание канавок зондом АСМ. Данная операция может быть относительно легко выполнена стандартным кремниевым зондом в случае, когда требуется сформировать прорезы на поверхности мягких, например, полимерных материалов. Для обработки твердых поверхностей обычно используют кремниевые иглы с алмазным покрытием. Наличие покрытия уменьшает остроту иглы, что приводит к ухудшению разрешения — отношение глубины канавки, формируемой на поверхности, к ее ширине не превышает 0.3.

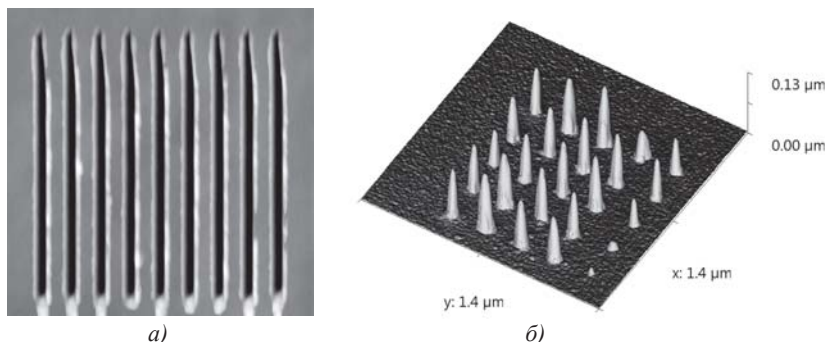


Рис. 1. АСМ изображения: а) решётка на поверхности кремния, период 100 нм, глубина канавок 32 нм; б) массив столбиков на поверхности пленки никеля, расстояние между столбиками 200 нм, высота до 130 нм.

В нашей работе показано, что эффективность силовой нанолитографии можно существенно повысить, если в качестве инструмента использовать специальные зонды, состоящие из тонкой и острой монокристаллической алмазной иглы на кремниевой консоли [1]. Предложен метод работы с подобным инструментом — импульсная силовая литография [2]. Данная технология подразумевает, что формирование прорези осуществляется путем

быстрой, за время порядка 1 мс, поточечной индентации (прокалывании) поверхности при малом (5 - 10 нм) расстоянии между соседними точками. Эксперименты, демонстрирующие эффективность предлагаемого метода, были выполнены с помощью атомно-силового микроскопа SmartSPM, АИСТ-НТ и зондов D300, SCDprobes. На поверхности кремния были сформированы решетки канавок с периодом от 25 до 100 нм - рис. 1(а). Отношения глубины прорези к ее ширине равно 2.3, что почти на порядок превышает значения, полученные другими методами. Предлагаемая технология может представлять интерес для создания устройств спинтроники и плазмоники. Продемонстрирована возможность разрезания пленок магнитных металлов, формирования магнитных нанопроволок и элементов с различной доменной структурой. Эксперименты по созданию решеток с периодом 50-200 нм из канавок на поверхности благородных металлов показали, что такие объекты обладают необычными оптическими свойствами. Наиболее вероятной причиной этого представляется возбуждение плазмонных резонансов.

Модификацию поверхности под действием электрического напряжения, приложенного к зонду АСМ, чаще всего связывают с локальным анодным окислением (ЛАО). Это не единственный процесс, который может проходить при электрической литографии. В малом зазоре между зондом и поверхностью образца можно создать очень большую напряженность электрического поля. В таких полях возможны различные физические процессы, приводящие к переносу вещества как с иглы на образец, так и в обратном направлении. В докладе представлены результаты экспериментов по электрической литографии, выполненной при приложении более высокого (20 - 80 В), чем при ЛАО, напряжения на игле. Продемонстрирована возможность формирования высоких (до 130 нм) столбиков на поверхности образца, имеющих малый диаметр (измеряемое с помощью АСМ значение менее 60 нм)- рис. 1(б). Выяснение их состава и механизма роста требует дальнейшего исследования. Одновременно с модификацией поверхности образца наблюдалось изменение формы зонда — на кончике иглы образовывался тонкий и длинный (до нескольких сот нанометров) ус. Подобная технология может быть весьма перспективна для создания особо острых зондов, а также зондов с большим форм-фактором.

Частично работа была выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН № 24 «Фундаментальные основы технологий наноструктур и наноматериалов»

1. *A.N. Obraztsov, P.G. Kopylov, B.A. Loginov, M.A. Dolganov, R.R. Ismagilov, N.V. Savenko*, Rev. Sci. Instrum. (2010) 81, 013703
2. *A. Temiryazev* Diamond & Related Materials (2014) 48, 60–64

АСМ-исследование доменной структуры водородо-содержащих сегнетоэлектрических кристаллов с профильным распределением примеси

А.Л. Толстихина¹, Н.В. Белугина¹, Р.В. Гайнутдинов¹, А.К. Лашкова¹, И.Ф. Кашевич², В.Н. Шут³, С.Е. Мозжаров³

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
119333, г. Москва, Ленинский пр-кт, 59, Россия

² ВГУ им.П.М. Машерова, 210032, Витебск, Московский проспект, 33, Беларусь

³ Институт технической акустики НАН Беларуси,
210027, Витебск, пр-кт Людникова, 13, Витебск, Беларусь.

Создание доменов необходимой конфигурации и формирование из них периодических структур представляет интерес для задач генерации и преобразования частоты оптического или акустического излучения. Данная работа посвящена исследованию процессов формирования периодических доменных структур при росте кристаллов TGS с закономерно неоднородным распределением примеси. Кристаллы выращивали скоростным методом при постоянной температуре роста 31.3 °С (температура Кюри TGS – 49.15 °С) путем периодического дорастивания затравки в растворах разного состава – из номинально чистого и содержащего легирующую примесь Cr^{3+} [1]. В объеме кристалла сформированы периодические слои роста с разной концентрацией примеси Cr^{3+} . АСМ-измерения поверхности естественного скола (010) проводили в условиях чистой зоны «TRACPORE ROOM-05» и контролируемого искусственного климата на приборе NTE-GRA Prima (НТ–МДТ). Поверхность образцов изучали при относительной влажности 35% и температуре 24 °С.

Методом микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО) была изучена доменная структура по направлению роста от затравки к естественной грани {110} кристалла. Использование панорамного анализа изображений позволило визуализировать периодические полосчатые структуры TGS – TGS+Cr шириной 200 – 40 мкм, соответственно. На рис.1 приведены изображения двух участков: первый – полосы без примеси хрома (а), второй – с полосой мелкодисперсной доменной структуры, соответствующей введению примеси хрома (б). С помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1 (Image Metrology) была проведена обработка МПО-изображений. Участки одинаковой площади сравнивали по двум параметрам: по статической униполярности k и по суммарному периметру L доменных стенок. Статическая униполярность для обоих участков невысокая и практически одинаковая: $k_2 = 0.33$, $k_1 = 0.36$. В то же время суммарный периметр доменных стенок

отличается в 2,3 раза: $L_1 = 2121$ мкм, $L_2 = 4878$ мкм. Поскольку примесная полоса составляет треть от обсканиваемой площади изображения (рис.1б), то разница в периметре доменных стенок в итоге гораздо больше – почти в семь раз.

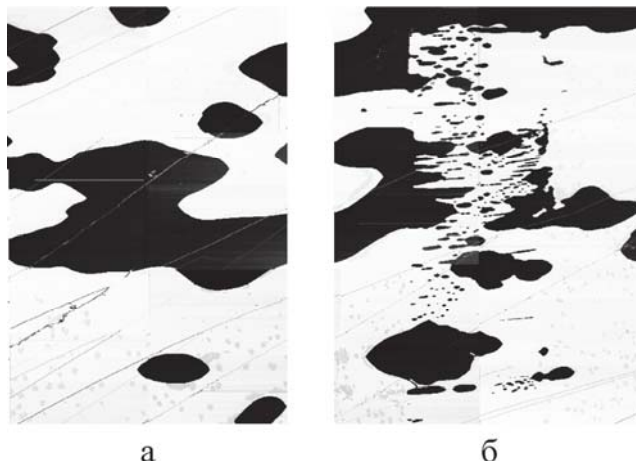


Рис. 1. Представлена часть панорамного изображения, составленного из 49 сканов. Доменная структура кристаллов TGS – TGS+Cr: а) участок поверхности без примеси хрома; б) участок поверхности с полосой размером 40 мкм с примесью хрома. Площадь участков 78343 мкм². Метод микроскопии пьезоэлектрического отклика.

Установлено, что регулярное введение примеси хрома приводит к образованию полос со специфической мелкодисперсной доменной структурой с повышенной плотностью доменных границ (примерно в 7 раз выше, чем в слоях без примеси). Такие участки кристалла могут обладать повышенной проводимостью [2].

Таким образом метод МПО с использованием панорамного анализа изображений позволяет измерять статическую униполярность и плотность доменных стенок сегнетоэлектрических кристаллов. Эти данные можно сопоставлять с электрофизическими характеристиками кристаллов на макроуровне.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки» (проект RFMEFI62114X0005).

1. В.Н. Шут, И.Ф. Кашевич, Б.Э. Вомтс. Кристаллография, (2004), 49, № 2. С. 253–261.
2. Р. В. Гайнутдинов, Н. В. Белугина, А. Л. Толстихина. Тезисы доклада XXV Российской конференции по электронной микроскопии, г. Черногоровка, 2-6 июня 2014 г., Т.1. С.286–287.

Роль величины туннельного промежутка и орбитальной структуры зонда в сканирующей туннельной микроскопии атомарного разрешения

А.Н. Чайка¹, В.Н. Семенов¹, С.С. Назин¹, Н.Н. Орлова¹, В.Ю. Аристов¹,
С.И. Божко¹, О. Lübben², S.A. Krasnikov², B.E. Murphy², K. Radican²,
I.V. Shvets², V. Grushko³, A. Chepugov³, N. Novikov³, E. Mitskevich³,
O. Lysenko³

¹ *Институт физики твердого тела РАН, 142432, Черноголовка, Россия*

² *CRANN, School of Physics, Trinity College Dublin, Dublin 2, Ireland*

³ *V. Bakul Institute for Superhard Materials, Kiev, 04074, Ukraine*

Роль орбитальной структуры зонда и величины туннельного зазора при визуализации поверхности с атомным разрешением исследовалась с момента изобретения сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) [1-4]. Недавно было показано, что использование зондов с известной структурой позволяет контролировать относительный вклад различных электронных орбиталей атома острия при изменении сопротивления туннельного промежутка [5]. Изменение вклада электронных состояний с различными квантовыми числами подтверждено прямой визуализацией электронной структуры атома вольфрама на острие иглы W[001] с помощью орбиталей атомов углерода поверхности графита. Расчеты в рамках теории функционала плотности [5,6] показали, что изменение относительного вклада электронных состояний с различными проекциями орбитального момента при малых ($< 2.5 \text{ \AA}$) величинах туннельного промежутка связано с изменением электронной структуры атома вольфрама на острие из-за взаимодействия с атомами поверхности.

В докладе представлены результаты исследований, проведенных на поверхностях графита, карбида кремния и силицида гадолиния с помощью алмазных и вольфрамовых зондов с различной структурой острия.

Исследования, выполненные на поверхностях графита [7] и наноструктурированного графена на поверхности SiC(001) [8], демонстрируют, что максимальное пространственное разрешение достигается при использовании алмазных и вольфрамовых зондов с ориентацией острия вдоль кристаллографического направления [111], сохраняющих симметричное распределение плотности электронных состояний вокруг атома острия даже при малых величинах туннельного промежутка [9]. В качестве примера на Рис. 1 показаны СТМ-изображения поверхностей графита и графена на SiC(001), измеренные с помощью монокристаллических алмазного и вольфрамового зондов с ориентацией острия вдоль [111]. Изображение на Рис.

1b демонстрирует неэквивалентные особенности, отвечающие различной плотности электронных состояний α и β атомов графита (Рис. 1a). Идеальную карту плотности электронных состояний поверхности можно получить с помощью алмазного зонда в диапазоне расстояний 3-5 Å, при которых взаимодействие зонда и поверхности незначительно [7]. СТМ-исследования системы графен/SiC(001) [8] показывают возможность достижения пикометрового латерального разрешения при использовании зондов W[111] на поверхностях со сложной атомной и электронной структурой (Рис. 1c и 1d). Сравнительный анализ СТМ-изображений поверхностей графита и GdSi_{2-x}/Si(111), полученных алмазными и вольфрамовыми зондами с различной структурой острия, показывает, что латеральное разрешение и величины атомных корrugаций выше в случае доминирования p -орбиталей на острие.

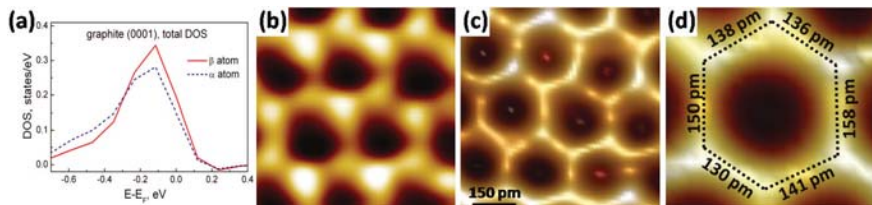


Рис.1. (a) Плотность электронных состояний α и β атомов поверхности графита. (b) СТМ-изображение поверхности графита, измеренное с помощью алмазного зонда при $V = -50$ мВ, $I = 0.8$ нА. Изображение демонстрирует неэквивалентные особенности, отвечающие двум подрешеткам атомов графита. (c,d) СТМ-изображения графена на поверхности SiC(001), полученные с помощью зонда W[111] при $V = 22$ мВ, $I = 65$ пА. Изображения иллюстрируют случайные пикометровые искажения длин углеродных связей в решетке квазисвободного графена.

Работа выполнена при поддержке программ Президиума РАН, грантов РФФИ (проекты № 14-02-01234, 14-02-00949, 13-02-00781) и гранта Марии Кюри Европейской рамочной программы FP7.

1. A. Bryant, D.P.E. Smith, G. Binnig, W.A. Harrison, and C.F. Quate, Appl. Phys. Letters, 49, 1936 (1986).
2. J. Tersoff and D.R. Hamann, Phys. Rev. Lett., 50, 1998 (1983).
3. C.J. Chen, Phys. Rev. Lett., 69, 1656 (1992).
4. W. Sacks, Phys. Rev. B, 61, 7656 (2000).
5. A.N. Chaika, S.S. Nazin, V.N. Semenov et al., EPL, 92, 46003 (2010).
6. A.N. Chaika, S.S. Nazin, V.N. Semenov et al., Appl. Surf. Sci., 267, 219 (2013).
7. V. Grushko, O. Lübben, A.N. Chaika et al., Nanotechnology, 25, 025706 (2014).
8. A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov et al, Nano Res., 6, 562 (2013).
9. C. A. Wright and S. D. Solares, J. Phys. D: Appl. Phys., 46, 155307 (2013).

Применение атомно-силовой микроскопии к изучению строения поверхности пленок оксидов тантала и ниобия

А. М. Шульга, К.В.Степанова, А.Н. Кокатев, Н.М. Яковлева

Петрозаводский государственный университет, г. Петрозаводск, Россия, 185910

Современная медицина широко использует искусственные материалы для замены поврежденных тканей и органов. Большую часть из них, изготавливают из чистого титана, его сплавов с алюминием, ванадием, молибденом, а также тантала и ниобия. Такой выбор обусловлен хорошей биосовместимостью этих металлов. Для адекватной передачи нагрузки на костную ткань модуль упругости имплантата должен быть близок к таковому для костной ткани. С другой стороны, он должен быть достаточно высоким для того, чтобы снизить возможность разрушения имплантата. Оптимизация величины модуля упругости может быть достигнута модификацией поверхности имплантатов. В работе предлагается использование для модификации поверхности тантала и ниобия электрохимическое оксидирование (анодирование), приводящее к формированию на их поверхности наноструктурированных оксидных пленок. Такой процесс в дальнейшем будем именовать наноструктурным анодированием или «наноанодированием».

Целью работы являлось изучение особенностей роста и строения наноструктурированных анодных оксидных пленок (АОП) на Nb и Ta.

Перед анодированием поверхность образцов ниобия и тантала химически очищалась в растворе $\text{HNO}_3 + \text{HF}$ и промывалась в этиловом спирте, ацетоне и в дистиллированной воде. Образцы анодировались как в водных растворах 1М H_2SO_4 и 1М H_3PO_4 с небольшими добавками HF (1-2вес.%), так и на основе этиленгликоля с содержанием 0.2М NH_4NO_3 , 0.2М NH_4F + H_2O (3,5вес.%).

Анодирование образцов проводилось при комнатной температуре в трехэлектродных ячейках с танталовыми электродами. В качестве электрода сравнения использовалась платиновая проволока. Кинетические зависимости $U_a(t)$ и $j_a(t)$ регистрировались электронным цифровым самописцем потенциостат/гальваностат ИПС и Эрбий 7115.

Изучение строения поверхности образцов до и после анодирования проводили методом атомной силовой микроскопии (АСМ) на сканирующем зондовом микроскопе Solver Next (ОАО «НТ МДТ»). Количественный анализ АСМ-изображений поверхности АОП проводился с применением пакета программ Image Analysis P9.

Для установления оптимальных условий формирования нанопористых анодно-оксидных пленок на ниобии и тантале были выполнены исследования влияния различных факторов (состояния поверхности металла, состава электролита, электрофизических параметров процесса) на особенности роста оксидных пленок. Показано, что целесообразно для наноанодирования Nb и Ta использовать двух- и трехстадийный режим, при котором сочетаются гальваностатическая и вольтстатическая стадии. На основе проведенных исследований были выявлены оптимальные параметры процесса анодирования Nb и Ta в водных и безводных фтор- и нитрат-содержащих электролитах, при которых ход кинетических зависимостей $U_a(t)$ и $j_a(t)$ соответствует росту самоорганизованной нанопористой оксидной пленки на поверхности металла.

На следующем этапе было выполнено изучение методом АСМ строения поверхности образцов до и после анодирования при оптимальных условиях. В процессе работы были экспериментально установлены параметры сканирования. Показано, что целесообразно использовать полуконтактный АСМ-режим, причем изображения наилучшего качества получаются при применении мягких зондов NSG 01 (жесткость 5.1-11.5 н/м) с радиусом закругления острия от 1 до 10 нм, при величине резонансной частоты 87-230 кГц, шаге сканирования 4-20 нм и размере области сканирования от 2 до 10 мкм.

Поверхность АОП, сформированных анодированием ниобия в нитратсодержащем электролите ($0.2M NH_4NO_3 + 3 \text{ вес. \% } H_2O$), как следует из АСМ-изображений поверхности, характеризуются структурированием как на микроскопическом уровне, так и наноразмерном. Размеры пор лежат в диапазоне от 10 до 40 нм. Следует отметить, что такое «двухуровневое» строение поверхности полученных АОП достаточно хорошо соответствует строению костной ткани. Было установлено, что при анодировании тантала в электролите на основе этиленгликоля с добавкой $0.2M NH_4NO_3$ также формируется нанопористый слой, включающий регулярные нанопоры с диаметрами от 20 до 50 нм. Можно говорить, о неполном открытии пор за счет присутствия тонкого «дефектного» слоя, возникающего при анодировании в вязких электролитах.

Таким образом, в данной работе подобрана оптимальная методика АСМ-исследований поверхности наноструктурированных АОП, сформированных анодированием Ta и Nb, позволяющая получать изображения, пригодные для последующего количественного анализа. Результаты подтверждают перспективность применения метода АСМ для исследования и анализа структуры поверхности таких материалов.

Исследование формирования микро- и нанодоменных структур в одноосных сегнетоэлектриках методами сканирующей зондовой микроскопии

В.Я. Шур

*Институт естественных наук, Уральский федеральный университет,
г. Екатеринбург, Россия*

В работе представлены новейшие результаты систематических исследований формирования самоорганизованных нанодоменных структур при переключении поляризации в одноосных сегнетоэлектриках методами сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Показано, что нанодоменные структуры образуются в сильнонеравновесных условиях переключения при неэффективном экранировании деполяризующих полей [1].

Исследовались одноосные сегнетоэлектрики семейства ниобата лития LiNbO_3 (LN) и танталата лития LiTaO_3 (LT), а также релаксорный сегнетоэлектрик ниобат бария-стронция $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN). Для исследований с высоким пространственным разрешением использовались методы СЗМ [2-7]. Атомно-силовая микроскопия (AFM) позволяла визуализировать домены, выявленные селективным травлением. Микроскопия пьезоэлектрического отклика (PFM) обеспечивала не повреждающую визуализацию доменной структуры. Использовалось локальное переключение с помощью проводящего зонда СЗМ [4,6,7].

Показано, что неэффективность экранирования приводит к качественному изменению формы изолированных доменов и типа доменной структуры. Изучен переход от классического роста доменов в форме многоугольников к «дискретному переключению», при котором образуются и растут самоорганизованные квазирегулярные ансамбли изолированных нанодоменов []. Продemonстрировано образование нанодоменных ансамблей при потере устойчивости формы доменной стенки и формировании пальцеобразной доменной структуры в CLN с поверхностным слоем, модифицированным протонным обменом [8]. Выявлены: ориентированные нанодоменные лучи, самоподобные структуры и цепи остаточных нанодоменов.

Формирование дендритных самоподобных микро и нанодоменных структур обнаружено при переключении поляризации в стехиометрическом LN при повышенных температурах [9,10]. Впервые исследована кинетика роста дендритных структур в форме снежинок. Впервые в SBN выяв-

лено формирование и рост квазирегулярных ансамблей изолированных клиновидных нанодоменов и дендритных структур [11].

Для изучения взаимодействия доменов проведены исследования роста цепей в CLN при переключении поляризации с помощью зонда СЗМ. Показано, что при изменении напряжения, влажности, температуры и расстояния между доменами, можно наряду с цепями одинаковых доменов получать перемежаемость, квазипериодичность и хаос [4].

Метод PFM впервые использован для исследований роста доменов в полярном направлении с высоким пространственным разрешением локальным переключением на неполярных срезах [7]. Проведены исследования влияния проводимости поверхностного слоя на кинетику доменов при переключении зондом при контролируемом изменении влажности [4,7]. Продemonстрирована существенная роль самопроизвольного обратного переключения на форму доменов [7,12,13].

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ, при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ (соглашение 14.594.21.0011, уникальный идентификатор RFMEFI59414X0011) и РФФИ (13-02-01391-а).

1. V.Ya. Shur. J. Mater. Sci., 2006, 41, 199-210.
2. V.Ya. Shur and P.S. Zelenovskiy. J. Appl. Phys., 2014, 116, 066802.
3. V.Ya. Shur, P.S. Zelenovskiy, M.S. Nebogatikov, D.O. Alikin, M.F. Sarmanova, A.V. Ievlev, E.A. Mingaliev, and D.K. Kuznetsov. J. Appl. Phys. 2011, 110, 052013.
4. A.V. Ievlev, S. Jesse, A.N. Morozovska, E. Strelcov, E.A. Eliseev, Y.V. Pershin, A. Kumar, V.Ya. Shur, and S.V. Kalinin. Nature Phys., 2014, 10, 59-66.
5. A.V. Ievlev, A.N. Morozovska, V.Ya. Shur, and S.V. Kalinin. Appl. Phys. Lett., 2014, 104, 092908.
6. A.V. Ievlev, A.N. Morozovska, E.A. Eliseev, V.Ya. Shur, and S.V. Kalinin, Nature Com., 2014, 5, 4545.
7. A.V. Ievlev, D.O. Alikin, A.N. Morozovska, O.V. Varenyk, E.A. Eliseev, A.L. Kholkin, V.Ya. Shur, and S.V. Kalinin. ACS Nano. 2015, 9, 769-777.
8. M.A. Dolbilov, V.Ya. Shur, E.V. Shishkina, E.S. Angudovich, A.D. Ushakov, P. Baldi, and M.P. De Micheli. Ferroelectrics, 2013, 442, 82-91.
9. V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, M.S. Nebogatikov, I.S. Baturin, and M.M. Neradovskiy. J. Appl. Phys., 2012, 112, 104113.
10. V.Ya. Shur, E.A. Mingaliev, D.K. Kuznetsov, and M.S. Kosobokov. Ferroelectrics, 2013, 443, 95-102.
11. V. Shur, V. Shikhova, A. Ievlev, P. Zelenovskiy, M. Neradovskiy, D. Pelegov, and L. Ivleva. J. Appl. Phys., 2012, 112, 064117.
12. V.Ya. Shur, E.A. Mingaliev, V.A. Lebedev, D.K. Kuznetsov, and D.V. Fursov. J. Appl. Phys., 2013, 113, 187211.
13. V.Ya. Shur, A.R. Akhmatkhanov, M.A. Chuvakova, and I.S. Baturin. Appl. Phys. Lett., 2014, 105, 152905.

IV.

Применение сканирующей электронной и зондовой микроскопии в физике, материаловедении, микроэлектронике и нанотехнологиях

Зависимость роста тонких плёнок металла от технологических параметров их формирования

Аксенов И.Б. Насибуллова Г.Р.

¹ *Казанский Национально-Исследовательский Университет имени А.Н. Туполева, 420111, Россия, Казань, ул. Карла Маркса 31/7*

Свойства тонкой пленки могут сильно отличаться от свойств массивного материала, особенно если толщина пленок очень мала. Эти отличия обусловлены спецификой структуры пленки, которая, очевидно, обусловлена процессами, происходящими во время формирования пленки. Один из методов формирования тонкой плёнки: физический способ – напыление пленок в вакууме или в газовых средах.

В зависимости от материала испарителя, подложки и уровня вакуума в системе изменяется значение производительность/качество наносимых пленок и, как следствие, встает вопрос о необходимости набора статистических данных.

В данной работе рассмотрены следующие методы формирования тонких плёнок металла: термовакuumное напыление, ионно-плазменный метод и магнетронное распыление. В ходе эксперимента, при изменении входных параметров, производится построение зависимости роста пленок, их структуры и толщины. При использовании различных методик сканирующей электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии, поверхностного плазмонного резонанса, профилометрии и эллипсометрии для измерения и контроля тонкопленочных структур, были получены результаты сравнительного анализа и оценка используемых методов.

1. *Макарчук М. В., Королёв А. П.* Физика тонких плёнок
2. *Поут Д., Ту К., Мейер Д.* Тонкие плёнки - взаимная диффузия и реакции. М.: Мир. 1982
3. *Берлин Е.В., Двинин С.А., Сейдман Л.А.* Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок. М.: Техносфера. 2007
4. *Фелдман Л., Майер Д.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.:Мир.



Микроскопия электрохимических деформаций коммерческих литий ионных аккумуляторов

Д.О. Аликин¹, А.В. Иевлев², А.П. Турыгин¹, С. Лучкин³, В.Я. Шур¹,
С. Калинин² и А.Л. Холкин^{1,3}.

¹ *Институт естественных наук УрФУ, г. Екатеринбург, Россия*

² *The Center for Nanophase Materials Sciences, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, USA*

³ *Dept. Materials and Ceramics Eng. & CICECO, University of Aveiro, Aveiro, Portugal*

Недавно была предложена методика микроскопии электрохимических деформаций (electrochemical strain microscopy) [] в режиме возбуждения спектром гармоник (band excitation) [], позволяющая визуализировать смещение ионов лития под действием приложенного напряжения в тонких плёнках ионных проводников LiCoO_2 и LiMn_2O_4 [1,2], представляющая значительный интерес для изучения процессов ионного транспорта с высоким пространственным разрешением.

В данной работе мы применили указанную методику для изучения электрохимических процессов в коммерческих литий ионных аккумуляторах, состоящих из катода (LiMn_2O_4), углерода, обеспечивающего подвод и отвод электронов, и сепаратора (PVDF). Для этого ячейка батареи вскрывалась в атмосфере аргона, и промывалась в диметил карбонате для полного удаления электролита. Полученный электрод пропитывался эпоксидной смолой и полировался. Исследовались электроды двух аккумуляторов с различной степенью разрядки: $\text{Li}_{0.7}\text{Mn}_2\text{O}_4$ и $\text{Li}_{0.17}\text{Mn}_2\text{O}_4$.

Измерения проводились в центре наноразмерного материаловедения Oak Ridge National Laboratory, USA с помощью сканирующего зондового микроскопа Cypher (Asylum Research Inc.).

Показано, что микроскопия электрохимических деформаций в режиме возбуждения спектром гармоник позволяет разделить пьезоэлектрически активные области PVDF и области с ионной проводимостью LiMn_2O_4 , благодаря существенному различию резонансной частоты (Рис.1).

Предложенная математическая обработка полученных результатов, позволила выявить распределение отклика ионного смещения внутри зёрен. Показано, что пространственное распределение отклика заметно различается для образцов с разной степенью разряда. Проанализирована зависимость распределения и величины отклика ионных смещений от размеров зёрен.

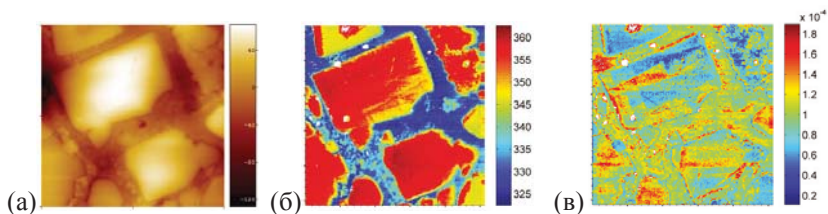


Рис. 1. Микроскопия электрохимического отклика в режиме возбуждения спектром гармоник в $\text{Li}_{0.17}\text{Mn}_2\text{O}_4$ (а) топография, (б) резонансная частота, (в) амплитуда. Площадь сканирования: 7·7 мкм.

Измеренные зависимости величины ионного отклика от приложенного переменного электрического напряжения демонстрируют немонотонный характер при достижении порогового напряжения, что может быть отнесено за счёт эффекта Яна-Теллера.

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ, при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (соглашение 14.594.21.0011, уникальный идентификатор RFMEFI59414X0011), РФФИ (13-02-01391-а, 14-02-31255-мол_а, 14-02-31864-мол_а) и при финансовой поддержке молодых ученых УрФУ.

1. *N. Balke, I. K. Bdikin, S. V. Kalinin, A. L. Kholkin*, 2009, *J. Amer. Ceram. Soc.* 92, 1629-1633.
2. *S. Jesse, S. V. Kalinin, R. Proksch, A. P. Baddorf, B. J. Rodriguez*, 2007, *Nanotechnology* 18, 435503.

Синтез и изучение свойств наноразмерных термитов $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}$

Е.С. Афанасенкова¹, Н.Г. Березкина¹, А.Н. Жигач¹, М.Л. Кусков¹,
И.О. Лейпунский¹, В.В. Артемов^{1,4}, А.Ю. Долгобородов², В.Г. Кириленко²,
А.Н. Стрелецкий², Г.А. Воробьева², А.А. Шевченко³, О.М. Жигалина⁴

1 *Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН, г. Москва, Россия*

2 *Институт химической физики им. Н.Н.Семенова РАН, г. Москва, Россия*

3 *Научно-исследовательский ядерный университет МИФИ, г. Москва, Россия*

4 *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия*

Методом Гена-Миллера получены наноразмерные частицы оксида железа (33 нм) и алюминия (135 и 50 нм). Ультразвуковым смешением в гексане получены модельные нанотермитные смеси с равномерным распределением компонент. Методом термического анализа исследованы нанотермитные смеси стехиометрического состава (согласно уравнению реакции $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Al} = \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{Fe}$) Т1С...Т4С и смеси, содержание металлического алюминия в которых в 2 раза превышало стехиометрическое (Т1 и Т2) в насыпном и прессованном состоянии. Обнаружено, что в отличие от термитных смесей из частиц микронных размеров, для которых экзотермические процессы наблюдаются при температурах, значительно превышающих температуру плавления алюминия (660 С), в смесях с алюминием со средним размером около 100 нм она снижается до 510 С, а для более мелких алюминиевых частиц до 440 С. Наличие акрилового покрытия на частицах способствует снижению температуры начала реакции. Тепловыделение в смесях с наноалюминием с оксидным покрытием при прогреве до 700 С на 20-50% больше, чем в смесях с наноалюминием с акриловым покрытием. Для прессованных образцов со сверх стехиометрическим содержанием алюминия тепловые эффекты при прогреве до 700 С заметно больше, чем в стехиометрических смесях, в реакцию с оксидом железа вступает более 93% алюминия. Для стехиометрических термитных смесей с частицами алюминия с оксидным покрытием определены зависимости скоростей горения смесей от их плотности. Скорость горения смеси с 50 нм частицами алюминия в зависимости от плотности лежит в диапазоне 450 - 220 м/сек, с 130 нм частицами алюминия – составляет 350 - 220 м/сек. По данным рентгенофазового анализа в продуктах горения нанотермитов содержатся Al_2O_3 , Fe, FeO, AlFeO_3 , Al_2FeO_4 . Состав продуктов термитных реакций зависит от размера частиц алюминия и вида покрытия на них.

Работа выполнялась по проекту РФФИ 14-03-990

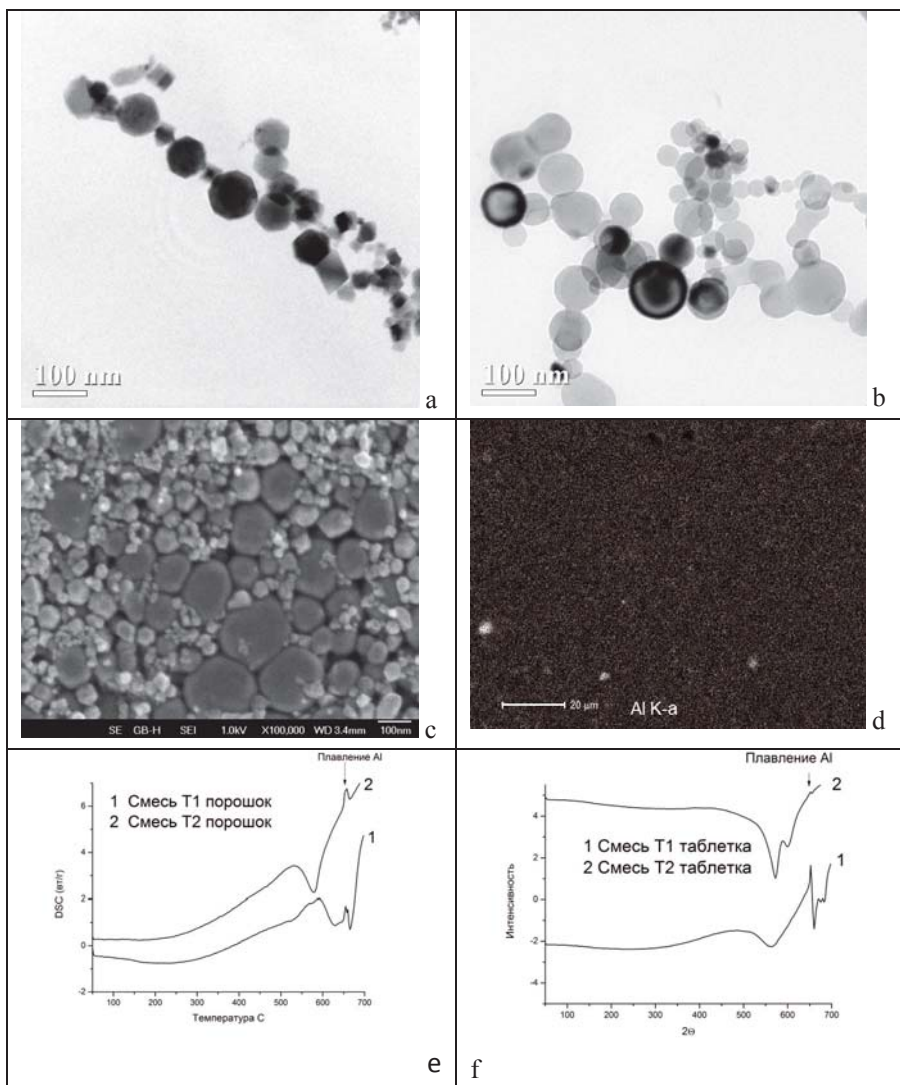


Рис.1. a,b –ПЭМ изображения частиц Fe_2O_3 (33 nm) и Al(50 nm) Теснаи G²30S ;с-поверхность прессованной таблетки T1C - JEOL 7401 F;d распределение Al по поверхности таблетки T1C –Quanta-3D,e,f –термический анализ смесей T1 (Al 135 nm) и T2 (Al 50 nm) - NETZSCH STA 449 C

Наноразмерный гидрид титана

Е.С. Афанасенкова¹, Н.Г. Березкина¹, А.Н. Жигач¹, М.Л. Кусков¹,
И.О. Лейпунский¹, Б.В. Кудров¹, А.А. Мазилкин²

¹Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН,
г. Москва, Россия

²Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия

Поскольку порошки гидрида титана используются для создания аккумуляторов водорода, получения воспламеняющихся и термитных составов, титановой пены малой плотности, катализаторов гидрирования органических соединений и в других областях науки и техники, в которых важным является размер (удельная поверхность) исходных частиц, целью настоящей работы являлась разработка методики синтеза и исследование свойств нанодисперсных гидридов титана.

Левитационно-струйным методом путем конденсации паров титана в потоке водорода (смеси водорода с инертным газом) впервые получены нанопорошки гидрида титана (средний диаметр частиц 25-32 нм). Полученные образцы исследованы методами электронной микроскопии, в т.ч. высокого разрешения, электронной дифракции, рентгенофазового анализа.

Методами электронной дифракции и рентгенофазового установлено, что синтезированные частицы, в зависимости от использовавшегося режима получения и пассивации, могут представлять собой как чистый гидрид титана TiH_2 в кубической модификации, так и смеси гидридов титана с металлическим титаном и/или оксида титана TiO_{2-x} . Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения исследована структура индивидуальных частиц гидрида титана, показан монокристаллический характер ядра таких частиц. Показано также присутствие аморфного, по видимому, оксидного слоя толщиной 3-5 нм.

Обсуждаются методические вопросы синтеза, пассивации и безопасного обращения с такими порошками.

Авторы благодарят компанию «Техноинфо Лтд» и к.ф.-м.н. А. Мазилкина за помощь в электронно-микроскопическом исследовании образцов.

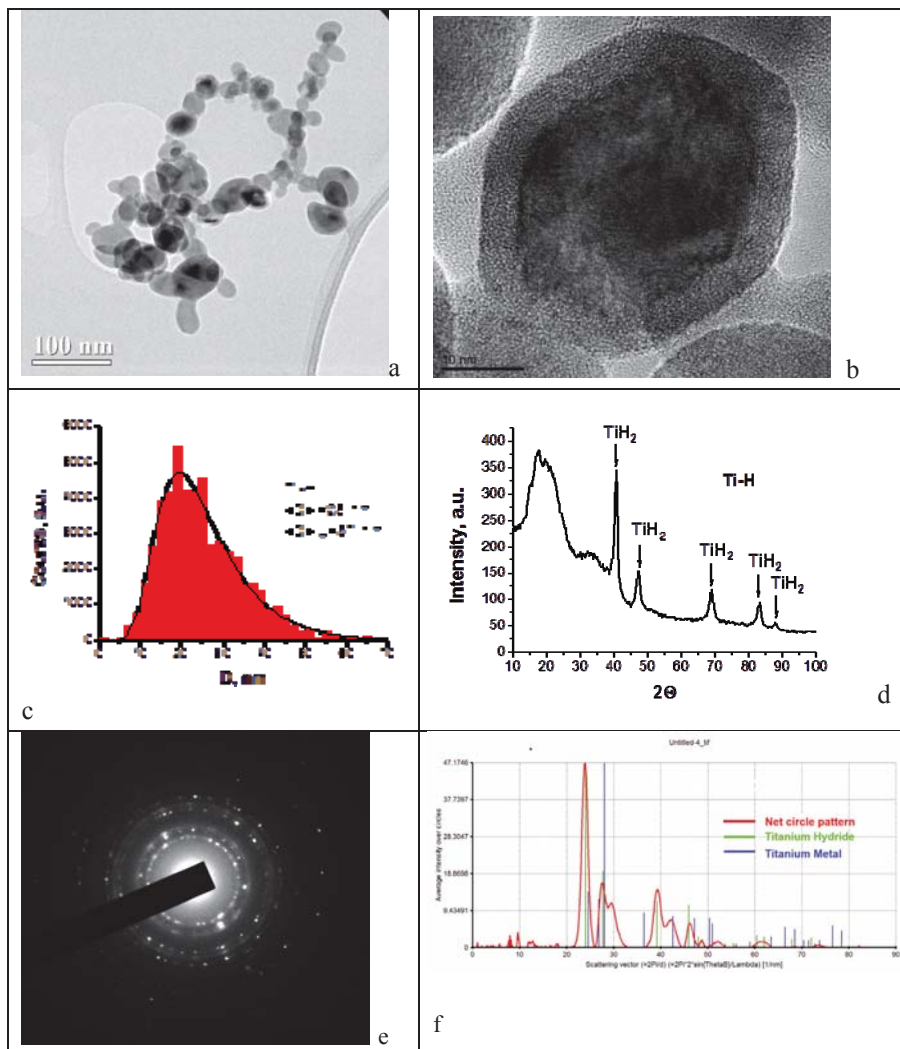


Рис.1. a,b – ПЭМ изображения частиц TiH_2 (25 nm) Tescnai G²30S; c – распределение частиц по размерам; d – дифрактограмма синтезированного нанопорошка гидрида титана Co-K α ; e - электронограмма наночастиц гидрида титана, Tescnai G²30S; f - расшифровка приведенной на рис. 1e.

Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ градиентно-упрочненной инструментальной стали

Л.Е. Афанасьева, И.А. Барабонова, Г.В. Раткевич, А.А. Румянцев,
Д.А. Русаков

Тверской государственный технический университет г. Тверь, Россия

Одним из эффективных способов экономии дорогостоящих высоколегированных инструментальных сталей и повышения стойкости и долговечности инструмента является наплавка их режущих кромок быстрорежущими сталями и сплавами. [1-3]. Несмотря на существенные преимущества, наплавку при изготовлении металлорежущего инструмента, применяют ограниченно по ряду причин, в том числе из-за припусков на механическую обработку шлифованием наплавленного металла с твердостью 58 ... 62 HRC. Удаление припусков возможно с применением газолазерной резки, при которой одновременно с формированием геометрических размеров рабочих частей инструмента происходит повторная закалка стали в поверхностных слоях реза. Практически важной задачей является вопрос выявления закономерностей формирования структурно-фазового состояния наплавленной быстрорежущей стали в зоне лазерного воздействия (ЗЛВ) при газолазерной резке.

На заготовки из низколегированной конструкционной стали 30ХГСА проводили наплавку быстрорежущей стали дугой прямого действия на постоянном токе обратной полярности в защитной среде аргона. Для наплавки применяли порошковую проволоку с химическим составом, близким к быстрорежущей стали P2M8. После наплавки заготовки подвергали низкотемпературному отпуску для снижения уровня остаточных напряжений. Газолазерную резку выполняли на лазерном комплексе Bysprint 2 фирмы Bystronic. Исследование микроструктуры стали проводили методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) на универсальном микроскопе JEOL 6610LV (Япония). Для изучения распределения легирующих компонентов в плоскости шлифов использовали энергодисперсионный спектрометр INCA Energy++ фирмы Oxford Instruments.

На рис. 1 представлена микроструктура стали P2M8 в ЗЛВ, имеющая слоистое строение. Цифрами обозначены основные слои: 1 – зона закалки из жидкой фазы протяженностью 3...7 мкм; 2 – зона закалки из твердой фазы размером 100...120 мкм, 3 – зона отпуска размером около 50 мкм и 4 – основной металл. Микроструктура быстрорежущей стали после наплав-

ки и низкотемпературного отпуска представляет собой игольчатый мартенсит, остаточный аустенит и карбиды.

Рентгеноспектральный микроанализ выявил значительную химическую неоднородность в зонах закалки из жидкой и твердой фазы. На глубину до 30...40 мкм от поверхности реза произошло растворение карбидов M_6C , входящих в состав эвтектики. В местах нахождения эвтектик образовались области с высоколегированными твердыми растворами и тонкодисперсными карбидами. С повышением легированности твердого раствора понижается температура мартенситного превращения и возрастает количество остаточного аустенита. По данным фазового анализа в зоне закалки содержится 50...60 % остаточного аустенита. Микротвердость на поверхности реза около HV 8500 МПа, в зоне закалки из твердой фазы 9000 МПа.

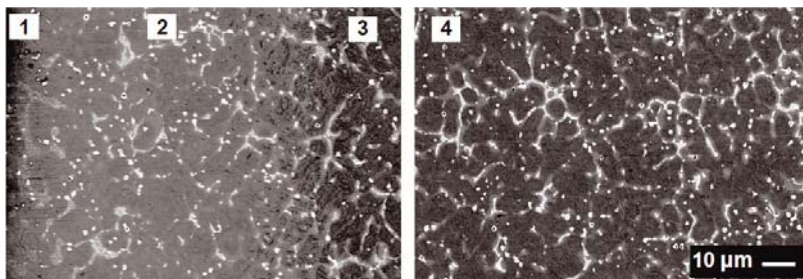


Рис. 1. Микроструктура ЗЛВ: 1 – зона закалки из жидкой фазы; 2- зона закалки из твердой фазы; 3 – зона отпуска; 4 – основного металла. Поперечный шлиф (РЭМ)

Для устранения остаточного аустенита в ЗЛВ в настоящей работе предлагается выполнять обработку холодом в жидком азоте и лазерный отпуск. После обработки холодом количество остаточного аустенита снижается до 7-9 %. Микротвердость стали в ЗЛВ возрастает до 10000 МПа. Лазерный отпуск, выполненный с помощью многоканального CO_2 лазера, обеспечивает локальный нагрев поверхностных слоев стали в ЗЛВ на требуемую глубину для прохождения процессов дисперсионного твердения с выделением карбида типа M_2C в зоне закалки и не разупрочнении зоны отпуска. Предложенный способ изготовления и градиентного упрочнения биметаллического металлорежущего инструмента позволяет повысить энерго- и ресурсоэффективность технологии.

1. Л.Е. Афанасьева, И.А. Барабонова, Н.С. Зубков, М.С. Разумов Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. №7. С. 36-38.
2. Л.Е. Афанасьева, И.А. Барабонова Лазерная и криогенная обработка быстрорежущей стали. Тверь, 2014. 96 с.
3. Л.Е. Афанасьева, И.А. Барабонова, Н.С. Зубков, С.Г. Емельянов, Д.Н. Романенко Упрочняющие технологии и покрытия. 2014. № 7 (115). С. 39-42.

Разработка технологии изготовления кремниевых полосковых волноводов с дифракционными решетками и 2D фотонными кристаллами

М.Ю. Барабаненков, А.Ф. Вяткин, В.Т. Волков, А.Н. Грузинцев,
А.И. Ильин, О.В. Трофимов

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Одна из целей микрофотоники состоит в создании интегральных структур, осуществляющих оптическую обработку информации. Пассивными элементами структур служат планарные волноводы, дифракционные решетки и фотонные кристаллы (ФК), характерные размеры которых задаются условием резонансного рассеяния электромагнитных волн (основная длина волны интегральной оптики лежит около 1.5 мкм) и составляют сотни нанометров и менее. Очевидно, что при изготовлении далеко субмикронных резонансных структур особую роль имеет соблюдение их расчетных размеров. В данной работе и рассмотрены технологические аспекты изготовления кремниевых планарных интегрированных элементов микрофотонных структур.

На поверхности подложек типа Si/SiO₂/Si или Si/SiO₂ изготовлены полосковые волноводы толщиной от 150 до 260 нм и шириной от 1.5 до 15 мкм при длине до 800 мкм, в которые интегрированы ленточные дифракционные решетки и двумерные ФК с элементами нанометровых латеральных размеров. Слой SiO₂ толщиной 1 мкм является оптическим буфером, изолирующим волноводы от Si подложки. Структуры изготавливали методами электронной литографии и кремниевых технологий. Для разных подложек разрабатывали цепочку технологических операций (маршрутов), включающих напыление тонких пленок, электронную литографию (подготовку подложек, нанесение резиста, создание и экспонирование рисунка, проявление рисунка, нанесение пленок и растворение резиста), плазменное или жидкостное травление, растворение масок (многократное в заданной последовательности для получения планарного рисунка на подложке). Волноводы с встроенными ФК на подложках Si/SiO₂/Si формировали по маршруту с плазменным или жидкостным травлением через маску из пленки Al, а на подложках Si/SiO₂ - с использованием технологии «lift off» напылённой поликристаллической Si пленки. Латеральные размеры решеток и 2D ФК в полосковых волноводах рассчитывали для задачи частотной фильтрации (рис.1(а)) и ввода-вывода излучения (рис.1(б)) с длиной волны 1.5 мкм.

Планарные волноводы, полученные на подложках Si/SiO₂/Si мокрым травлением через маску Al, Cr или резиста, имели ямки травления, шероховатости краев, боковые подтравы. После травления в интерактивной плазме CF⁴+Ar ямки травления не возникали, однако пленки Al или Cr обрастали окислами, а пленка из резиста дубилась. В результате маски не удалялись в стандартных растворителях Al или резиста или при удалении растравливалась Si структура. Волноводы на подложках Si/SiO₂, полученные напылением поликристаллической пленки Si и приема lift off, имели шероховатость порядка 4 нм. Использование в этом маршруте двухслойного резиста уменьшало шероховатость боковых границ волноводов. Эти две причины обусловили выбор последнего маршрута для изготовления интегрированных структур.

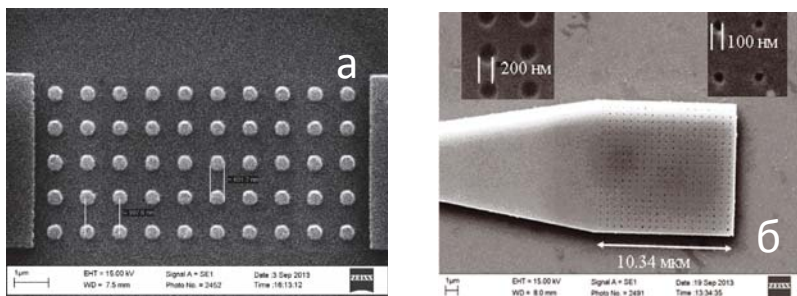


Рис. 1. РЭМ-изображение Si фотонных кристаллов: (а) 5×10 Si-цилиндров диаметром 400, высотой 220 нм и периодом 500 нм; (б) 19×19 цилиндрических пор диаметром 100 или 200 нм и периодом 500 нм в расширенной части Si волновода. На вставках показаны форма и размер пор.

С помощью измерений, проведенных на волноводе с двумя дифракционными решетками, разнесенными на 50 мкм, оценен коэффициент затухания моды поликристаллического Si волновода толщиной 220 нм, шириной 5 мкм, шероховатостью 4 нм (1-мкм слой SiO₂ лежит на 400 мкм Si подложке), величина которого составила 0.17 дБ/мм. Волновод возбуждался излучением с длиной волны 1.5 мкм. Дифракционные решетки представляли собой 25 поперечных к длине волновода полосок Si высотой 45 нм. Ширина полосок и величина зазора равны 300 нм. Полная толщина волновода с решеткой 265 нм. Полученная величина коэффициента затухания моды близка к аналогичной величине (0.16 дБ/мм) для тонкого слоя аморфного Si и в 4 раза (0.04 дБ/мм) превышает данные для слоя монокристаллического Si.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проект № 15-07-04626)

1. M. Ohtsu (ed), Nano-Optics and Nanophotonics, Springer, Berlin 2011, 248 p.

Влияние плазменной обработки на микроструктуру тонких пленок SnS, полученных методом «горячей стенки»

С.А. Башкиров¹, В.Ф. Гременок¹, А.Н. Петлицкий², С.В. Шведов²,
В.В. Цыбульский², Д.Е. Ёщик², С.П. Зимин³

¹ «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению,
220072, г. Минск, ул. П. Бровки, 19, Беларусь

² «Белмикросистемы», ОАО «ИНТЕГРАЛ»,
220108, г. Минск, ул. Корженевского, 12, Беларусь

³ «Ярославский государственный университет,
ул. Советская, 14, г. Ярославль, Россия

Полупроводник класса $A^{IV}B^{VI}$ моносulfид олова SnS характеризуется высоким коэффициентом оптического поглощения в видимой и ближней инфракрасной области спектра, благодаря чему представляет интерес для оптоэлектроники. В настоящей работе исследовано влияние плазменной обработки на микроструктуру тонких пленок SnS, что открывает новые пути к модифицированию тонкопленочных материалов и управлению их свойствами.

Напыление пленок SnS проводилось методом горячей стенки [1] в вакууме при давлении $5 \cdot 10^{-4}$ Па, температуре стенок кварцевой трубки 600 °С, температуре подложек 330 °С и расстоянии между испаряемым материалом и подложкой 12 см. Скорость роста пленки в таких условиях составляет в среднем 100 нм/мин. Для обработки плазменной пленок SnS использован реактор плотной индукционной аргоновой плазмы низкого давления [2]. Рентгенофазовый анализ полученных образцов проводился на дифрактометрах Siemens D-5000 и ДРОН-3М с использованием CuK_{α} -излучения. Для определения структурных параметров полученных материалов использован метод Ритвельда. Для оценки степени преимущественной ориентации использована модель Марша-Долласа [3]. Поверхность пленок исследована методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием многофункционального сканирующего атомно-силового микроскопа NT 206 в контактном режиме. Разрешающая способность метода составляла примерно 0.1-1 нм по горизонтали и 0.01 нм по вертикали. Морфология поверхности пленок исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе Hitachi S-806.

Согласно дифракционным данным, плазменная обработка приводит к уменьшению параметров элементарной ячейки SnS в среднем на 0.15-

0.20% и объема элементарной ячейки на 0.55%. Данный эффект может быть связан с внедрением ионов остаточных газов вакуумной камеры реактора в структуру SnS с образованием дополнительных ковалентных связей, что должно приводит к уплотнению кристаллической решетки.

Полученные пленки характеризуются преимущественной ориентацией в направлении [010], что соответствует расположению слоев ковалентно связанных атомов параллельно плоскости подложки. Степень преимущественной ориентации η до плазменной обработки составляет 16%. В ходе плазменной обработки степень преимущественной ориентации изменяется в зависимости от времени обработки немонотонно. В течение первых 30 секунд наблюдается увеличение η до максимальной величины порядка 40%, что свидетельствует о селективном травлении кристаллографических плоскостей, кроме плоскости (010). Этот процесс сопровождается формированием на поверхности пленки «островков», ориентированных в плоскости (010). В дальнейшем, однако, за счет травления этих островков, η уменьшается и к 60-й секунде обработки возвращается к значениям, близким к исходному.

Данные СЭМ и АСМ находятся в хорошем согласии с дифракционными данными в части немонотонного характера зависимости микроструктуры пленок от времени плазменной обработки. Средняя шероховатость пленок до обработки составляет порядка 60-65 нм. За первые 30 секунд обработки эта величина увеличивается и достигает максимального значения, равного 200 нм. Затем средняя шероховатость уменьшается, возвращаясь к величине порядка 100 нм.

По данным СЭМ, поверхность пленок SnS представлена лепестковыми кристаллитами, расположенными практически вертикально относительно поверхности пленки. Средняя плотность лепестков составляет $9 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ с характерной толщиной лепестка порядка 10 нм и размерами в других измерениях 200-900 нм. Морфологической особенностью пленок SnS после плазменной обработки является травление выступающих над поверхностью кристаллитов и появление наноразмерных холмиков с плотностью до $1.4 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Формирование холмиков может быть связано с конкурирующими процессами распыления и ре-осаждения пленки под действием плазмы.

Полученный результат свидетельствует о практической возможности нано-структурирования поверхности пленок SnS аргоновой ВЧИ-плазмой.

1. A. Lopez-Otero. Thin Solid Films, 1978, 49, 3-57.
2. S.P. Zimin, E.S. Gorlachev, I.I. Amirov, V.V. Naumov, G.A. Dubov, V.F. Gremenok, S.A. Bashkirov. Semicond. Sci. Technol., 2014, 29, 015009.
3. E. Zolotoyabko. J. Appl. Cryst., 2009, 42, 513.

Структурные особенности нанокристаллических arc-PVD покрытий TiN-Ni

Д.С. Белов, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, Т.Ф. Петрова, Е.С. Фёдорова

Москва, Ленинский проспект, 4. НИТУ «МИСиС»

Введение никеля в состав ионно-плазменных вакуумно-дуговых покрытий (Ti,Al)N приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы от 100-120 до 15-18 нм при изменении его концентрации от 0 до 12 % (ат.) (рисунк 1). При этом размер блоков (D) нитрида соответствует размеру зёрен керамической фазы. Дальнейшее увеличение содержания Ni сопровождается ростом отдельных зёрен (Ti,Al)N до 30-35 нм (рисунк 2).

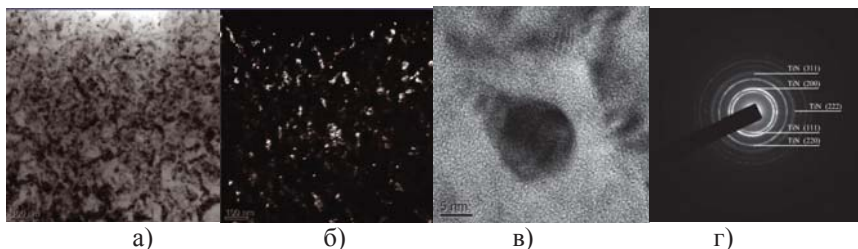


Рис. 1. Светлопольное (а); темнопольное изображение (б); изображение высокого разрешения зёрненной структуры (в); электроннограмма (г) покрытия (Ti,Al)N – 2,8 % (ат.) Ni.

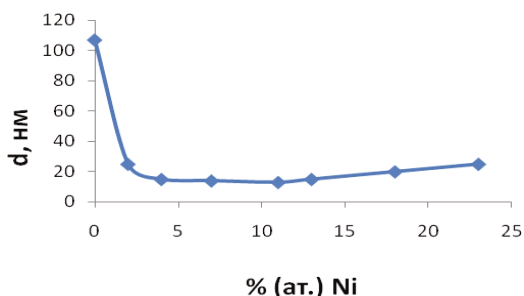


Рис. 2. Зависимость величины размера зерна (Ti,Al)N от содержания никеля в покрытии

Модифицирование покрытия (Ti,Al)N никелем сопровождается переходом от столбчатой структуры к равноосной (рисунк 3).

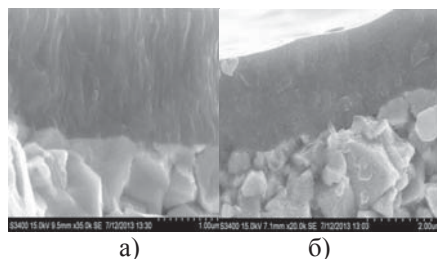


Рис. 3. Фрактограммы изломов покрытия а) (Ti,Al)N, б) (Ti,Al)N-Ni8%(ат.)

При концентрации до 12-13 ат. % никель в покрытии находится в рентгеноаморфном состоянии. При её возрастании формируется интерметаллид TiNi, что в свою очередь сопровождается появлением пористости в структуре осаждаемого покрытия (рис.4).

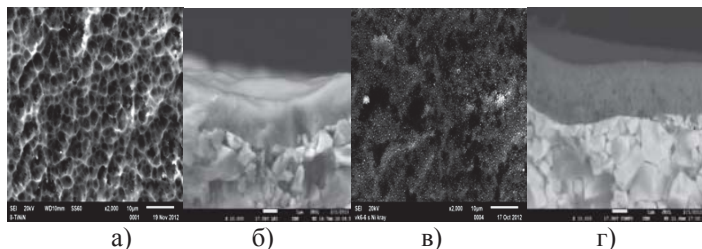


Рис. 4. Характерные фронтальные изображения (а, в) и торцевые изломы (б, г) покрытия (Ti,Al)N- до12 % (ат.)Ni (а,б) ; 14-26 % (ат.)Ni (в,г)

На границе покрытия (Ti,Al)N –Ni с подложкой (сплав ВК6) образуется переходная зона с градиентом концентраций элементов покрытия в подложку и наоборот.

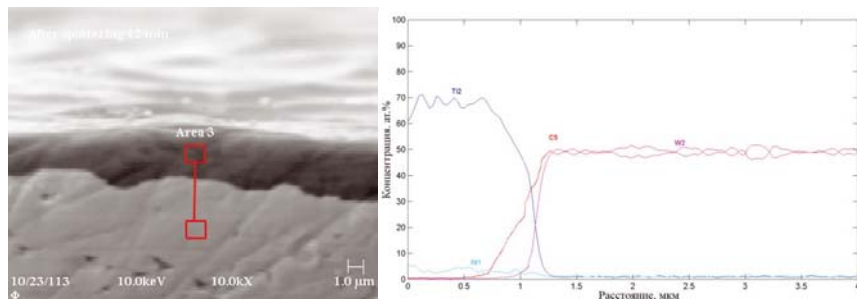


Рис. 5. Распределение элементов по толщине покрытия(Ti,Al)N-Ni 8%(ат.) и подложкиВК6

Морфологические особенности гетероструктур Si/SiO₂(Cu)

Е.К. Белоногов^{1,2}, Е.Ю. Канюков³, Д.В. Якимчук³, Т.Л. Тураева¹,
С.Е. Демьянов³

¹Воронежский государственный технический университет,
Московский проспект, 14, учебный корпус №1, Воронеж, 394026, Россия

²Воронежский государственный университет,
Университетская площадь, 1, Воронеж, 394006, Россия

³НПЦ НАН Беларуси по материаловедению,
ул. П. Бровки, 19, г. Минск, 220072, Республика Беларусь

Для создания структур Si/SiO₂(Cu) применялась технология треков быстрых тяжелых ионов (облучение оксидированного кремния быстрыми тяжелыми ионами ¹⁵²Sm с энергией 350 МэВ и флюенсом 5×10^8 см⁻², травление в 1,4 % HF в течение 35 мин), позволившая сформировать нанопористую матрицу в слое диоксида кремния на кремнии марки КЭФ-4,5 со сквозными (до поверхности Si) порами в виде усеченных конусов с диаметрами оснований ~150 нм на границе с Si, ~200 нм на поверхности SiO₂ и высотой, соответствующей толщине слоя диэлектрика (~400 нм). Заполнение пор медью проводили методом электрохимического осаждения при потенциале U минус 0,6 В из электролита на основе борной кислоты (0,5 моль/л H₃BO₃) и раствора, содержащего сульфат меди (0,01 моль/л CuSO₄).

РФА непосредственно после осаждения показал, что кристаллиты меди имеют ГЦК решетку ($a = 0,362$ нм) (рис.1а). Наличие всех наиболее характерных рефлексов (220), (200) и (111) свидетельствует об отсутствии текстурирования. Методами РЭМ и СЗМ установлено, что медь осаждается исключительно в поры, равномерно заполняя их по всему объему и формируя выросты ~70-120 нм над поверхностью SiO₂. Методами ПЭМ углеродных реплик с «извлечением» (рис.1б, в) выявлено, что металл осаждается в виде контактирующих между собой металлических кристаллитов, принимая форму поры по всей ее глубине с тенденцией к образованию агломератов дендритной формы после выхода над поверхностью SiO₂. Расчет размеров кристаллитов меди из радиального уширения дифракционного кольца дает средний размер ~50 нм. Анализ дифракционных максимумов электронограммы выявил содержание Cu₂O в части агломератов, причем набор дифракционных максимумов указывает на наличие текстуры. Оксид меди имеет ОЦК кристаллическую решетку ($a = 0,426$ нм). Присутствуют только (110) и (112) отражения, что указывает на аксиальную текстуру типа 111 для кристаллитов Cu₂O, т.е. направление [111] перпендикулярно плоскости поверхности SiO₂.

Выявленная морфология металлических нанокластеров меди в SiO_2 имеет перспективу применения гетероструктуры $\text{Si}/\text{SiO}_2(\text{Cu})$ в спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния света (КРС), в качестве активных подложек. Так как усиление рассеяния обусловлено дендритной структурой и неоднородностями поверхности (нанокластеры металла в аморфной матрице).

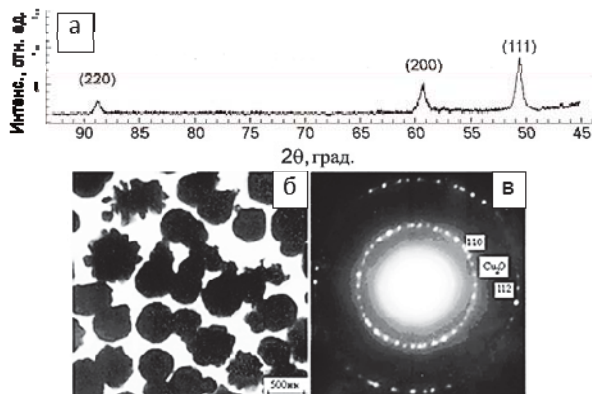


Рис.1. Рентгенограмма меди, электрохимически осажденной в поры в слое SiO_2 (а); ПЭМ-изображение реплики с «извлечением» (б); картина дифракции от выделенного участка с фрагментами извлечения (в)

Предварительные эксперименты по использованию гетероструктур $\text{Si}/\text{SiO}_2(\text{Cu})$ для усиления сигнала КРС на медных дендритах, локализованных в порах SiO_2 , показали эффективность их использования в качестве функциональных активных элементов. Однако, усиливающие свойства гетероструктуры деградируют с течением времени из-за окисления нанокластеров Cu . Для стабилизации эффекта в перспективе предполагается электролитическая защита поверхности меди серебром.

Показано, что медь, осаждаемая электрохимически в поры SiO_2 , состоит из отдельных (размером до 50 нм) нанокристаллов с ГЦК решеткой. Кластеры меди заполняют поры, повторяя их форму, а выступающие над поверхностью, из-за склонности меди к двойникованию, растут в виде дендритов и пластинчатых кристаллов. Гетероструктуры $\text{Si}/\text{SiO}_2(\text{Cu})$ могут быть использованы для усиления сигнала КРС.

Исследование выполнено при поддержке гранта РФФИ 14-32-50043.

Исследование ультратонких пленок C_{60} при помощи сканирующей туннельной микроскопии

С.И.Божко¹, Е.А.Левченко^{1,2}.

¹ Институт Физики Твёрдого Тела РАН, Черноголовка, Российская Федерация

² Астраханский Государственный Университет, Астрахань, Российская Федерация

Плотнупакованные плёнки C_{60} толщиной в один монослой являются перспективными с точки зрения создания приборов со сверхвысокой плотностью элементов. Основным требованием к работоспособности таких элементов является стабильность их работы. Одной из возможных причин проявления нестабильности в таких системах является возникновение шума, вызванное механическим смещением молекул C_{60} относительно электродов элемента. Вследствие симметрии расположения атомов углерода в молекуле и отклонения формы C_{60} от идеальной сферической, молекула C_{60} обладает вращательными степенями свободы. Вращение C_{60} определяет физические свойства соединений C_{60} , кластеров, двумерных плёнок и трёхмерных кристаллов. В кристаллах и тонких пленках C_{60} наблюдаются вращательные фазовые и кинетические переходы. Сканирующая туннельная микроскопия предоставляет уникальную возможность провести исследование структуры и динамики поведения, как отдельных молекул C_{60} так и их ансамбля.

Тонкая пленка C_{60} осаждалась на поверхность $WO_2/W(110)$ термическим напылением. Температура подложки составляла 300K. СТМ/СТС эксперименты проводились в интервале температур 78K-320K. Мономолекулярная пленка C_{60} на поверхности $WO_2/W(110)$ была самоорганизована в гексагональную плотноупакованную структуру. Расстояние между ближайшими молекулами составляло $9.5 \pm 0.5 \text{ \AA}$. При низких температурах ($T < 220 \text{ K}$) на СТМ изображениях молекул C_{60} видна структура молекулярных орбиталей (Рис.1a) - все молекулы неподвижны. При высоких температурах ($T > 260 \text{ K}$) СТМ изображения всех молекул сферически симметричны (Рис.1c) в силу их очень быстрого вращения. В промежуточном температурном диапазоне 220 — 260K только ограниченное число молекул неподвижно (Рис.1b). Исследование зависимости вероятности найти неподвижную молекулу от температуры показало, что, так же как и в кристаллах фуллерита, в монослойной пленке C_{60} происходят два вращательных перехода – кинетический переход стеклования ($T_K = 220 \text{ K}$) и фазовый вращательный переход ($T_C = 260 \text{ K}$). При температурах близких к T_C наблюдается образование кластеров неподвижных молекул (на рис.1b отмечены синим контуром) и молекул у которых структура молекулярных орбиталей не видна (на рис.1b отмечены зеленым контуром).

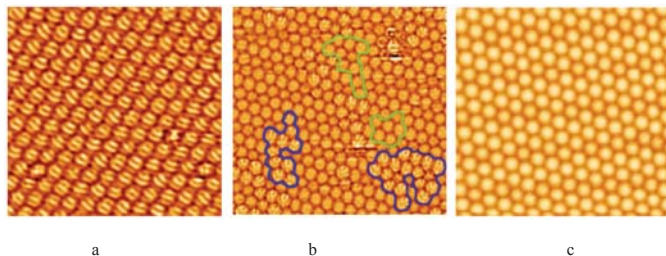


Рис. 1. СТМ изображения участка пленки C_{60} , $V_b = 1 \text{ V}$, $I_t = 0.1 \text{ nA}$. а) $12 \times 12 \text{ nm}^2$, 80-220K; б) $18 \times 18 \text{ nm}^2$, 220-260K; в) $15 \times 15 \text{ nm}^2$, 260-315K.

При детальном рассмотрении отдельных молекул вблизи ТС было обнаружено «переключение» молекулы между различными состояниями, которое сопровождалось изменением ее ориентации. Переключение проявлялось в изменении туннельного тока (при отключенной обратной связи) и в изменении Z-положения зонда (при включенной обратной связи) в виде телеграфного шума. На Рис.2 представлена зависимость туннельного тока от времени, демонстрирующая переключение молекулы между двумя состояниями. Зависимость туннельного тока от времени позволяет определить время жизни в каждом из состояний. Предполагая активационный механизм переключения между двумя состояниями, были определены характерные значения энергии, определяющие изменение ориентации молекулы: разность энергий между ближайшими минимумами энергии молекул C60 в зависимости от ее ориентации (30mV) и высота потенциального барьера между ними (610mV). Полученные величины находятся в хорошем согласии с энергетическими параметрами полученными в приближении теории среднего поля из характеристик вращательного фазового перехода.

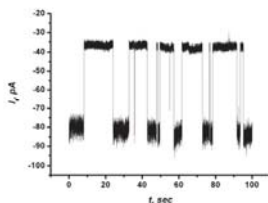


Рис. 2. Зависимость туннельного тока от времени при отключенной обратной связи. $T=256\text{K}$.

На вращение отдельных молекул оказывают существенное влияние дефекты кристаллической структуры. На Рис.3а представлено СТМ изображение участка малоугловой межзеренной границы в двумерном кристалле C60. Угол разориентации кристаллитов составляет 10° . Граница может быть представлена в виде последовательности точечных дефектов, указанных на изображении синими стрелками. СТМ изображения межзеренной границы снимались при температуре 315K, что существенно превышает ТС для вращательного фазового перехода. В этих условиях все молекулы вращаются с большой угловой скоростью и, следовательно, их СТМ изображения должны быть сферически симметричными (см. Рис.1с). Однако на Рис.3б черными стрелками указаны статические молекулы, расположенные рядом с точечным дефектом. Расчет полей напряжений вблизи точечного дефекта показал, что статичные молекулы локализованы в области повышенного давления.

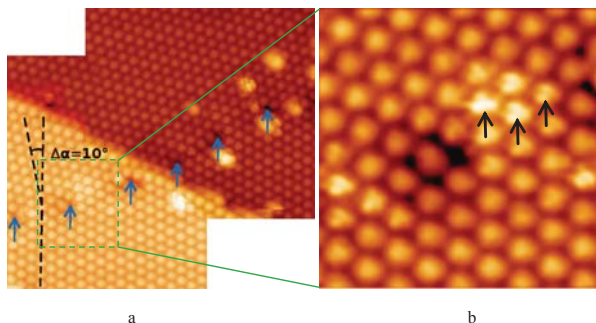


Рис. 3. СТМ изображение участка малоугловой межзеренной границы. $V_b = 1\text{V}$; $I_t = 30\text{pA}$; $T = 315\text{K}$. а) участок малоугловой границы с углом разориентации 10° ; б) увеличенное изображение точечного дефекта; черными стрелками указаны статические молекулы.

Изменение структуры и морфологии МУНТ при облучении ионами Ar^+

В.В. Болотов, Е.В. Князев, С.Н. Поворознюк, Ю.А. Стенькин

Омский научный центр СО РАН. 644024, г. Омск, проспект Маркса, 15

Использование как слоев, так и индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) в микро- и наносенсорике перспективно благодаря развитой поверхности слоев МУНТ [1]. Однако трубки, полученные методом CVD при пиролизе ацетонитрила содержат значительную долю МУНТ с металлической проводимостью. Одним из методов управления электрофизическими свойствами слоя МУНТ является внесение дефектов в структуру МУНТ, с помощью ионных пучков.

В данной работе рассматриваются структурные изменения отдельных МУНТ после воздействия ионами Ar^+ . Слои МУНТ выращивались методом CVD при пиролизе ацетонитрила на подложках SiO_2/Si . МУНТ удалялись с поверхности ростовой подложки, диспергировались в этаноле и затем из суспензии наносились на кремниевую подложку. Полученные слои МУНТ подвергались облучению ионами Ar^+ с энергией 5КэВ. Морфология и структура слоев УНТ исследовалась с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Jeol JEM-2100 FS и растрового электронного микроскопа (РЭМ) Jeol JSM-6610 LV.

По данным РЭМ при облучении в слое МУНТ не происходило существенных морфологических изменений и разрушения слоя МУНТ или значительного изменения их внешнего диаметра. Однако данные ПЭМ высокого разрешения свидетельствуют о том, что ионная обработка приводит к существенному изменению структуры индивидуальных МУНТ. В частности, наблюдается аморфизация внутренних слоев углеродных трубок в сочетании с многочисленными дефектами внутренних слоев МУНТ с диаметром менее 10 нм (Рис.1, верхняя вставка). В свою очередь у МУНТ с большими диаметрами, наблюдаются многочисленные разрывы внутренних стенок, а также формирование «ступенек» на внешних слоях МУНТ (Рис.1, нижняя вставка). Указанные значительные изменения структуры МУНТ, в свою очередь, определяют изменение электрофизических характеристик.

Работа выполнена при частичной поддержке грантов, РФФИ №14-08-31448 мол_а, РФФИ 14-08-31318 мол_а.

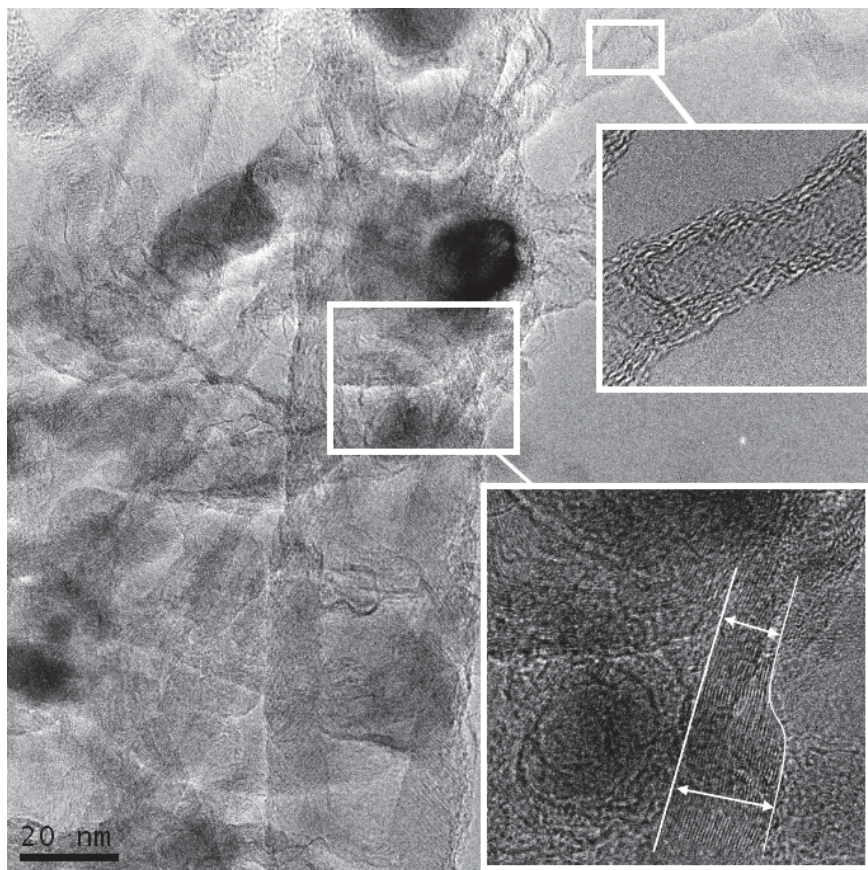


Рис.1 Изображение ПЭМ (JEM 2100 FS) МУНТ после облучения ионами Ag^+ . На верхней вставке: аморфизация внутренних слоев МУНТ с диаметром менее 10 нм; на нижней вставке: формирование «ступеньки» на внешних слоях МУНТ с большими диаметрами.

1. Болотов В.В., Кан В.Е., Корусенко П.М., Несов С.Н., Поворознюк С.Н., Пономарева И.В., Росликов В.Е., Стенькин Ю.А., Шелягин Р.В., Князев Е.В. Механизмы формирования слоев нанокомпозитов на основе многостенных углеродных нанотрубок и нестехеометрического оксида олова. ФТТ. 2012. Т. 54. Вып. 1. С. 154-161.

Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии гибридных структур на основе макропористого кремния и многостенных углеродных нанотрубок.

В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, Е.В. Князев, В.Е. Росликов, Ю.А. Стенькин

Омский научный центр СО РАН, 644024, г. Омск, проспект Маркса, 15

Углеродные нанотрубки и пористый кремний обладают рядом уникальных характеристик, которые определяют перспективность этих материалов для применения в микро- и наносенсорике [1]. Пористый кремний, в свою очередь, обладая также высокой удельной площадью поверхности, позволяет формировать сложные структуры с надежной изоляцией чувствительных слоев[2], которые легко встраиваются в технологический «кремниевый» цикл производства. Таким образом, гибридные кремний-углеродные структуры являются перспективным материалом для газовой сенсорики.

Целью данной работы являлось создание гибридной por-Si/CNT структуры и исследование ее структурных и морфологических свойств. Гибридные por-Si/CNT структуры создавались путем формирования слоя УНТ на поверхности окисленного многослойного пористого кремния (МПК). Многослойная пористая структура получена путем двухэтапного анодного травления монокристаллического кремния (КДБ-12 (100)). Полученная структура подвергалась окислению в атмосфере влажного кислорода при температуре 1000C^0 . Слои УНТ синтезировались методом CVD при пиролизе ацетонитрила, в качестве катализатора использовались наночастицы железа. Морфология полученных структур исследовалась на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6610-LV, с энергодисперсионным анализатором INCA-350.

По данным электронной микроскопии диаметр пор макропористого слоя составляет 1,5 мкм, глубина пор -7 мкм. На изображениях гибридной структуры видно, что слой УНТ изолируется от подложки слоем окисленного мезопористого кремния и слоем SiO_2 на стенках пор макропористого слоя, сформированных при термическом окислении двухслойной структуры. Также по данным РЭМ видно, что УНТ полностью заполняют поры макропористого слоя. Формирование слоя УНТ происходит не только в порах макропористого слоя, но и на поверхности двухслойной структуры. При этом толщина слоя на поверхности составляет порядка 30-35 мкм (Рис.1). Характерной особенностью слоя УНТ, выращенного на поверхности слоя макропористого кремния, является наличие пустот в областях макропор, в то время как в области стенок макропор формируются жгуты

УНТ. Таким образом, слой УНТ повторяет рельеф макропористого слоя. В слое присутствуют трубки с внешним диаметром от 20 до 70 нм.

Работа выполнена при частичной поддержке грантов, РФФИ №14-08-31448 мол_а, РФФИ 14-08-31318 мол_а.

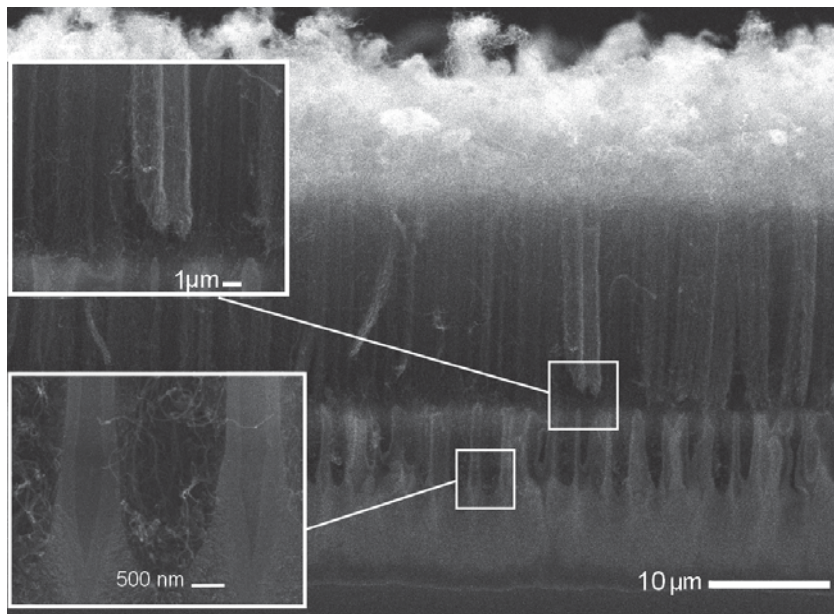


Рис. 1. РЭМ изображение (JSM 6610-LV) гибридной porous-Si/CNT структуры. На верхней вставке морфология слоя УНТ на поверхности пористого слоя; на нижней вставке морфология УНТ в поре макропористого слоя.

1. Болотов В.В., Кан В.Е., Корусенко П.М., Несов С.Н., Поворознюк С.Н., Пономарева И.В., Росликов В.Е., Стенькин Ю.А., Шеягин Р.В., Князев Е.В. Механизмы формирования слоев нанокompозитов на основе многостенных углеродных нанотрубок и нестехиометрического оксида олова. ФТТ. 2012. Т. 54. Вып. 1. С. 154-161.
2. V.V. Bolotov, V.E. Roslikov, E.A. Roslikova, K.E. Ivlev, E.V. Knyazev, and N.A. Davletkildiev. (2014). Synthesis and investigation gas sensing properties of doublelayer structures “composite on insulator” based on porous silicon and SnO_x . J Semiconductors, 48, 397-401.

Исследование поверхности кремния после микрообработки низкоэнергетическим ленточным электронным потоком

М.А. Бондаренко¹, Ю.Ю. Бондаренко¹, О.В. Свиридова²

¹ Черкасский государственный технологический университет, г. Черкассы, Украина

² Одесский национальный политехнический университет, г. Одесса, Украина

Ранее установлено [1], что низкоэнергетическая электронно-лучевая микрообработка (ЭЛМО) позволяет качественно улучшать состояние поверхности пьезоэлектрических керамик, которые нашли широкое применение в различных отраслях точного приборостроения, механотроники, медицины, метрологии и т.п. В тоже время перспективным материалом в нанометрологии на сегодняшний день является кремний, ЭЛМО которого связана с рядом трудностей [2]. Поэтому исследование поверхности кремния после ЭЛМО является вопросом актуальным.

Исследование нанорельефа поверхности кремниевых пластин до и после электронно-лучевой микрообработки проводилось на атомно-силовом микроскопе (АСМ) NT-206 («Лаборатория нанометрических исследований» Черкасского государственного технологического университета, г.Черкассы). При этом, согласно разработанным методикам и рекомендациям, использовался статический режим при сканировании участков поверхности, максимальным размером 13×13 мкм, рис.1 [3].

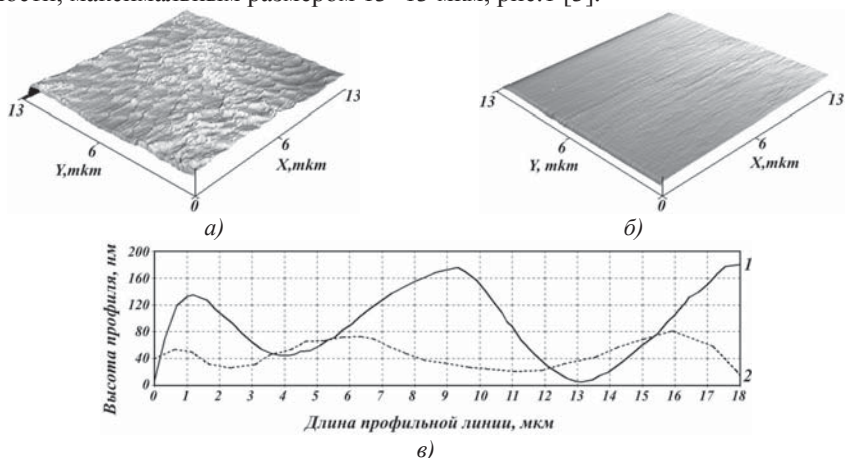


Рис. 1. Топограмма и профилограмма участка исходной поверхности кремния после химико-механической обработки (а, в (кривая 1) и после электронно-лучевой микрообработки (б, в (кривая 2). Атомно-силовой микроскоп NT-206.

В результате проведенных исследований методом АСМ были установлены среднеарифметические (R_a) и среднестатистические (R_q) значения микронеровностей по поверхности кремния до и после ЭЛМО: до обработки ЭЛМО – $R_a = 186$ нм; $R_q = 218$ нм; после обработки ЭЛМО – $R_a = 100$ нм; $R_q = 115$ нм, что соответствует следующим значениям чистоты поверхности (ГОСТ 2789-73): до обработки – $R_a 0,16-0,32$ (9-10 класс); после обработки – $R_a 0,16$ (10 класс).

Также, методом АСМ было установлено изменение максимальных механических напряжений в поверхностном слое (до 1,5 мкм) образца (абсолютная погрешность измерений ± 2 нм ($\approx 5-6\%$), которое уменьшается после ЭЛМО в среднем на 13%.

Таким образом, по результатам исследований, проведенных методом АСМ, показана возможность повышения точности (в 1,2-1,6 раза) и чистоты (до 10 класса) поверхности кремниевых пластин методом низкоэнергетической ленточной ЭЛМО.

1. *Бондаренко М.А.* Исследование поверхностей пьезокерамических элементов, модифицированных электронным потоком методом атомно-силовой микроскопии / М.А.Бондаренко, Ю.Ю.Бондаренко, Г.В.Канашевич [и др.] // Сборник докладов 8-го Белорусского семинара «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии "БелСЗМ-8"», г.Минск, 8-10 октября 2008 г. — С.23-26.
2. *Андриевский Р.А.* Современные проблемы наноструктурного материаловедения // Наноструктурное материаловедение, Киев, №1, 2005. — С.5-11.
3. *Методи та засоби мікроскопії* [Текст]: моногр. / В.С.Антонюк, Г.С.Тимчик, Ю.Ю.Бондаренко та ін. — К.: НТУУ «КПІ», 2013. — 336 с.

Исследование структуры нанокompозитов медь/пористый кремний методом растровой электронной микроскопии

А.В. Бондаренко¹, В.П. Бондаренко¹, Л.Н. Долгий¹, К.И. Абрамов¹,
А.Н. Петлицкий², В.А. Пилипенко², С.В. Шведов², В.В. Цыбульский²

1 Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,
220013, г. Минск, ул. П. Бровки 6, Беларусь

2 НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ»,
220108, г. Минск, ул. Корженевского 12, Беларусь

Нанокompозиты медь/пористый кремний изготавливаются путем осаждения меди в каналы пор пористого кремния (ПК). Такие нанокompозиты перспективны для применения в микро- и наносистемной технике и биомедицине [1-3].

В данной работе приведены результаты исследований структуры нанокompозитов медь/ПК, полученных методом химического иммерсионного осаждения меди в ПК. Слои ПК толщиной 1 мкм и пористостью 30-75% были получены анодированием кремниевых пластин марки КЭС-0,01 Ом см в гальваностатическом режиме при плотностях тока от 20 до 100 мА/см². Осаждение меди осуществлялось из водного раствора CuSO₄, содержащего небольшое количество HF. Для исследования структуры полученных наноструктурированных пленок меди нанокompозитов медь/ПК использовался растровый электронный микроскоп Hitachi S-4800. Для сравнения изучалась структура пленок меди, осажденных на поверхность кремниевых пластин без слоя ПК.

Установлено, что химическое осаждение меди на ПК происходит путем постепенного замещения частицами меди кремниевых кристаллитов ПК по механизму химического восстановления меди, сопряженному с первоначальным окислением и последующим травлением кремния, и контролируется структурными параметрами ПК. При этом кремниевые кристаллиты ПК размерами менее 5 нм демонстрируют повышенную химическую стойкость к окислению ионами меди и дальнейшему растворению. На рис. 1 представлены СЭМ-изображения поверхности пленок меди и гистограммы распределения островков меди по диаметрам для образцов, сформированных на монокристаллическом кремнии и на ПК. Пленки меди, осажденные на поверхность кремниевых кристаллитов ПК, состоят из островков меди двух размерных групп. В первой группе преобладают островки меди с диаметрами от 25 до 120 нм, а во второй – от 150 до 200 нм. Оптическая спектроскопия показала, что такие пленки характеризуются появлением в них

эффекта локализованного плазмонного резонанса. Причем при длинах волн возбуждающего излучения 530 – 570 нм этот эффект обусловлен наличием островков меди первой размерной группы. В пленках меди, имеющих вторую группу островков, локализованный плазмонный резонанс расщепляется с появлением дополнительной полосы поглощения в диапазоне длин волн 610 – 630 нм.

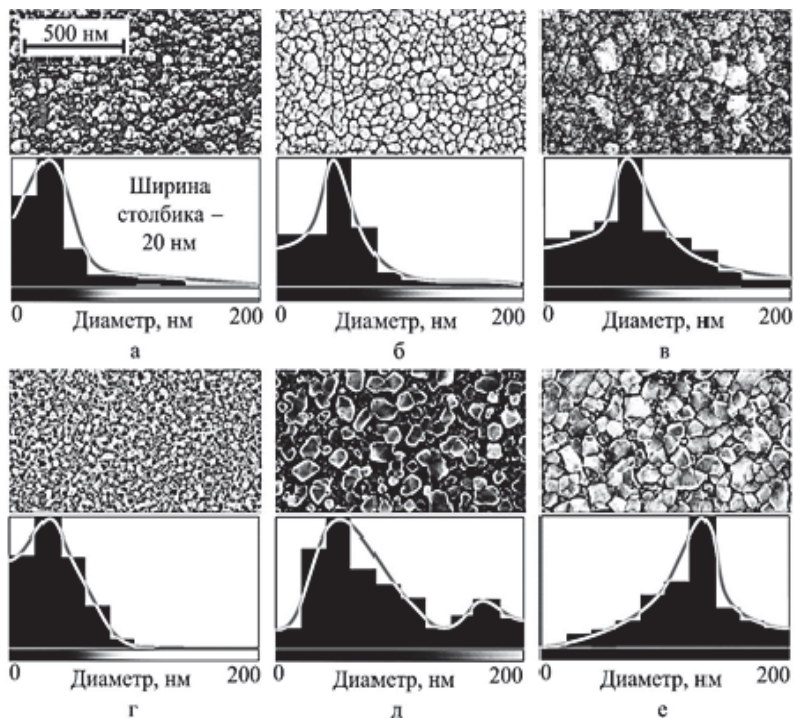


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности пленок меди и гистограммы распределения островков меди по диаметрам: (а – в) – на монокристаллическом кремнии; (г – е) – на ПК; (а, г) – осаждение меди в течение 4 с; (б, д) – осаждение меди в течение 60 с; (в, е) – осаждение меди в течение 180 с

1. H.Bandarenka, M.Balucani, R.Crescenzi, A.Ferrari. Superlattices and Microstructures, 2008, 44, 583–587.
2. H.Bandarenka, A.Shapel, M.Balucani, Sol. Stat. Phenom., 2009, 151, 222–226.
3. H.Bandarenka, S.Redko, A.Smirnov, A.Panarin, S.Terekhov, P.Nenzi, M.Balucani, V.Bondarenko, Nanoscale Research Letters, 2012, 7, 477-486.

Исследование структуры и физико-химических свойств кристаллов диоксида циркония стабилизированного различными оксидами редких земель

М.А. Борик¹, В.Т. Бублик², А.В. Кулебякин¹, Е.Е. Ломонова¹,
Ф.О. Милович², В.А. Мызина¹, Н.Ю. Табачкова²

¹ *Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН,
ул. Вавилова, д. 38, 119991, Москва*

² *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Ленинский проспект, д. 4, 119991, Москва*

Материалы на основе диоксида циркония обладают целым комплексом уникальных физико-химических, электрических и механических свойств. Эти свойства обуславливают широкий спектр различных применений: защитных покрытий, конструкционных материалов, топливных элементов, медицинских хирургических инструментов и имплантатов. К таким материалам относится частично стабилизированный диоксид циркония (ЧСЦ), представляющий собой твердый раствор диоксида циркония с небольшими добавками оксидов редкоземельных элементов (РЗЭ).

Свойства кристаллов ЧСЦ зависят от структуры, фазового состава, а также наличия кислородных вакансий (F^{++} -центров), которые возникают по причине меньшей зарядности катионов. Катионы Y, Ce, Nd, Sc, Er в разной степени стабилизируют структуру кристаллов ЧСЦ, в связи с разными размерами ионов, что, в конечном итоге, влияет на физико-химические свойства ЧСЦ. Поэтому целью данной работы было исследовать влияние дополнительно введенных примеси оксидов металлов на структуру, фазовый состав и свойства ЧСЦ.

В работе методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии исследована структура и фазовый состав кристаллов частично стабилизированного диоксида циркония в зависимости от вида стабилизирующей примеси (Y, Ce, Nd, Sc, Er). Проведены измерения твердости и трещиностойкости методом микроиндентирования.

Показано, что для всех кристаллов ЧСЦ характерно наличие двойниковой доменной структуры. Выявлено, что влияние дополнительного количества оксидов РЗЭ на фазовый состав, структуру и свойства кристаллов, частично стабилизированного оксидом иттрия диоксида циркония, зависит от вида и концентрации редкоземельных элементов. Так например, в кристаллах ЧСЦ ZrO_2 -1,0 мол % Y_2O_3 дополнительное введение 1,8 мол % Er_2O_3 (рис. 1а) приводит к стабилизации трансформируемой фазы - t, а при вве-

дении оксида неодима в том же количестве в кристаллах сохраняется моноклинная фаза. Добавление 0,8 мол % оксида эрбия к 2,0 мол % оксида иттрия позволяет, как и в случае содержания только оксида иттрия 2,8 мол % (рис. 1б), получить смесь трансформируемой и нетрансформируемой (t и t') фаз. Аналогичное добавление к 2,0 мол % оксида иттрия 0,8 мол % оксида неодима обеспечивает стабилизацию одной трансформируемой t фазы, при этом t' -фаза отсутствует. Таким образом, показано, что замена в кристаллах ZrO_2 -2,8 мол % Y_2O_3 части оксида иттрия на оксид редкоземельного элемента не всегда приводит к аналогичному фазовому составу кристаллов, а зависит от концентрации оксида иттрия, и вида РЗЭ.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 14-29-04081 офи_м

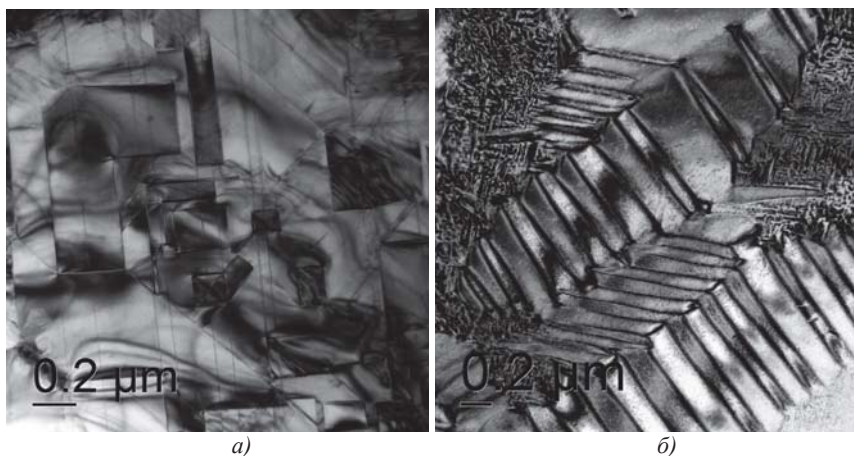


Рис. 1. Изображения ПЭМ (JEM 2100) структуры характерной для кристаллов ЧСЦ с концентрацией а) - 1,0 мол Y_2O_3 % + Er_2O_3 1,8 мол %. Er_2O_3 б) - 2,0 мол Y_2O_3 % + Er_2O_3 0,8 мол %.

О форме оксидных включений в литом вольфраме

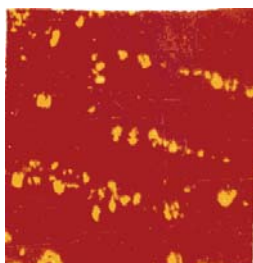
Г.С. Бурханов, В.М. Кириллова, В.В. Сдобырев, В.А. Дементьев,
А.А. Манаков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова Российской академии наук, г. Москва, Россия

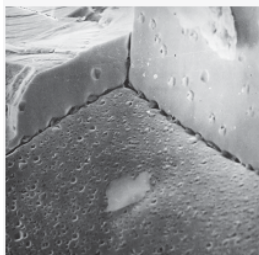
Известно, что растворимость кислорода в вольфраме при комнатной температуре и нормальном давлении чрезвычайно низка – 10^{-23} мас. % [1]. Содержание его выше предела растворимости приводит к образованию оксидов, располагающихся по границам и внутри зёрен вольфрамовой матрицы и вследствие своей хрупкости катастрофически снижающих прочность и деформируемость вольфрама. По этой причине необходимо иметь достоверную информацию о форме, размерах и распределении оксидов в изучаемом объекте. Ниже показано, что для решения этой задачи недостаточно использовать только традиционный метод световой оптической микроскопии. Необходимы другие методы и, прежде всего, метод растровой электронной микроскопии, позволяющий изучить поверхность изломов образцов и установить истинную форму и размеры включений. В данной работе использовали микроскоп GSM-U3 в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 25 кВ.

Исследовали вольфрам дуговой плавки, содержащий 0,1; 0,01 и 0,001 мас. % кислорода. В оптическом световом микроскопе на поперечных шлифах образцов вольфрама с высоким содержанием кислорода (0,1 мас%) оксиды наблюдаются в виде цепочек округлых включений, расположенных по границам и субграницам зёрен (рис.1,а). В вольфраме с меньшим содержанием кислорода ($\leq 0,01$ мас%) вообще не получено надёжных доказательств существования оксидных включений.

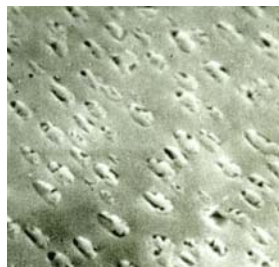
Метод растровой электронной микроскопии позволил установить, что оксиды кристаллизуются на поверхности границ зёрен вольфрама в виде плёнок различного размера и формы (рис. 1, б и в). В вольфраме с высоким содержанием кислорода (0,1 мас%) оксидные плёнки легко обнаруживаются повсеместно на поверхности межкристаллитных изломов (рис.1, б и в). При меньшем содержании кислорода (0,01 мас%) оксиды обнаружить труднее и только при большом увеличении, так как они присутствуют в виде локальных скоплений на поверхности границ небольшого количества отдельных зёрен (рис.2, а и б). В вольфраме с содержанием ($\leq 0,01$ мас%) оксидные плёнки практически не наблюдаются (рис.2,в).



а)



б)



в)

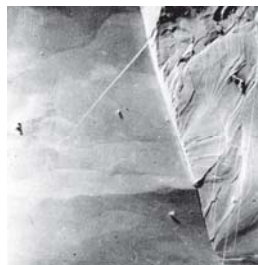
Рис. 1. Вид оксидов на поперечных шлифах (а) и поверхности излома (б, в) тех же образцов литого вольфрама с содержанием 0,1 мас. % кислорода: (а) - в оптическом световом микроскопе (x500 в оригинале); (б, в) – в растровом электронном микроскопе (x3000 и x8000, соответственно, в оригинале).



а)



б)



в)

Рис.2. . Вид поверхности разрушения образцов литого вольфрама с содержанием кислорода 0,01 мас% (а, б), x1000 и x8000, соответственно, и 0,001 мас% (в), x2000.

По данным равновесной диаграммы состояния вольфрам-кислород, ближайший к вольфраму оксид, устойчивый при комнатной температуре, образуется по эвтектической реакции при 2100°C , при содержании $\sim 15,0$ мас% кислорода и имеет стехиометрическую формулу WO_2 [1]. При температуре плавления вольфрама его оксиды газообразны и способны развивать достаточно высокое давление, чтобы сохранять пузырьки пара оксида на границе раздела жидкость - твёрдая фаза. При постепенном понижении температуры пар оксидов будет конденсироваться и при комнатной температуре кристаллизироваться в виде хрупких плёнок [1].

1. Н.П.Лякишев, Г.С.Бурханов. Металлические монокристаллы. (2002). С.311.

Атомно – силовая микроскопия агрегации микро и наночастиц

Х.Х.Валиев¹, Б.В.Бошенятов¹, Ю.Н.Карнет¹, М.С.Паршина¹,
Н.С.Снегирева², О.Б.Юмашев¹, Ю.Г.Яновский¹

¹ ФБГУН Институт прикладной механики РАН, Москва, Ленинградский пр. 7

² Автономная некоммерческая организация "Сертификационный центр
"Медполимер", 117246, Москва, Научный проезд 10

Исследования водных дисперсных систем и изучения физико – химических свойств твердых осадков, образующихся при водоочистке, являются актуальными задачами. В данной работе методом атомно – силовой микроскопии (easyScan DFM, Nanosurf, Швейцария) при нормальных условиях исследованы микро и наноразмерные агрегаты осадков солей временной жесткости, полученные из модельных растворов CaCl_2 и NaHCO_3 . Использование моды фазового контраста DFM позволило визуализировать особенности структуры поверхности агрегатов карбоната кальция, высаженных из водных растворов на поверхность высокоориентированного пиролитического графита (рис.1). Определен минимальный размер наночастиц, образующих изученные агрегаты, порядка 50 нм.

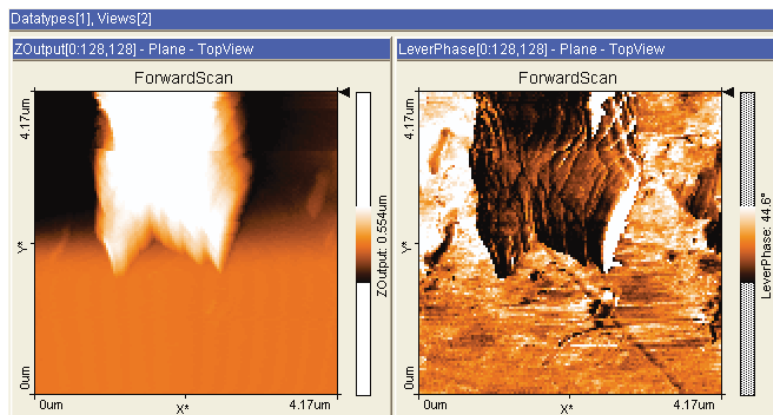


Рис. 1. Снимки ДСМ агрегата карбоната кальция.

Слева – топография, справа – фазовый контраст.

Скан 4.17 x 4.17 мкм², Z – высота 554 нм. Фаза 44.6°

Проведен анализ полученных с помощью DFM результатов, которые сравниваются с данными оптической интерференционной микроскопии (New View 5022, Zygo Inc, США) и другими методиками [1]. Обсуждаются особенности взаимодействия наночастиц и возможные механизмы образования агрегатов микро и макромасштабов. Указывается на общность таких взаимодействий в самых различных системах. Такие процессы важны для дальнейшего прогресса в создании разнообразных новых нанотехнологических материалов и конструкций.

1. *Н.В.Маланова, В.И.Косинцев, А.И.Сечин, Л.В.Цыро, С.П.Журавков, Н.А.Яворовский, Б.В.Бошенятов, Х.Х.Валиев, М.Д.Беркова. Фундаментальные исследования, 2013, № 6 (2), 323-327*

Исследование методом просвечивающей растровой электронной микроскопии различных типов структур одномерных кристаллов CuI и фазовых переходов в мета-нанотрубках 1D@ОСУНТ

А.В. Васильев^{1,2}, А.С. Кумсков^{1,2,3}, В.Г. Жигалина^{1,3}, А.А. Елисеев⁴,
Н.А. Киселев¹

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, 119333, Россия

² Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, 123182, Россия

³ Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва, 119421, Россия

⁴ Факультет наук о материалах, Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, 119991, Россия

В последние годы уделяется определенное внимание исследованию структуры и электронных свойств нанокomпозитов типа 1Dкристалл@ОСУНТ, т.н. мета-нанотрубкам. Благодаря этим исследованиям выявлены отличия структуры 1D кристаллов от их трехмерных аналогов, а также показано, что в зависимости от электронных свойств 1D кристалла меняются электронные свойства мета-нанотрубки в целом.

Ранее нами были исследованы методом просвечивающей электронной микроскопией высокого разрешения мета-нанотрубки 1DCuI@ОСУНТ. В трубках со средним диаметром $D_{cp}=1,4$ нм были выявлены две модификации 1D кристаллов йодида меди: гексагональная и моноклинная [1]. В трубках с $D_{cp}=2,0$ нм формировались кристаллы кубической модификации [2]. В данной работе структура мета-нанотрубок исследована методом просвечивающей растровой электронной микроскопии с использованием широкоугольного детектора темного поля (HAADF). В трубках диаметром $D_{cp}=1,4$ нм было обнаружено несколько модификаций 1D CuI, в том числе кубическая и гексагональная. Непосредственно внутри ОСУНТ наблюдается фазовый переход одной модификации одномерного нанокристалла в другую.

Электронная микроскопия производилась на приборе JEOL ARM 200F с ускоряющим напряжением 80 кВ в режиме HAADF STEM. Одновременно производилась регистрация изображения методом ВРЭМ. Показано, что метод HAADF STEM позволяет установить атомную структуру одномерных кристаллов, при этом удастся лучше визуализировать атомы с разными атомными номерами.

Показано, что мета-нанотрубки типа 1DCuI@ОСУНТ демонстрируют высокую степень заполнения канала ОСУНТ (95%), а также характеризуются полупроводниковыми свойствами. Это дает возможность их дальнейшего эффективного использования в качестве элементов наноэлектроники.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014-2020 годы» (соглашение № 14.585.21.0004 о предоставлении субсидии от 30 июня 2014 г., уникальный идентификатор проекта RFMEFI58514X0004).

1. Kiselev N.A., Kumskov A.S., Zakalyukin R.M., Vasiliev A.L., Chernisheva M.V., Eliseev A.A., Krestinin A.V., Freitag B., Hutchison J.L. // *Journal of Microscopy*. 2012. V. 246. P. 3. P. 309.
2. Kumskov A.S., Zhigalina V.G., Chuvilin A.L., Verbitskiy N.I., Ryabenko A.G., Zaytsev D.D., Eliseev A.A., Kiselev N.A. // *Carbon*. 2012. № 50. P. 4696.

Изучение локальной структуры и состава иттриевых ферритов-гранатов

А.А. Вирюс¹, Т.П. Каминская², В.В. Коровушкин³, М.А. Степович^{4,5},
М.Н. Шипко^{5,6}

¹ Институт экспериментальной минералогии РАН, 142432, Московская область, Ногинский р-н, г. Черноголовка, ул. Институтская, д. 4

² ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова», 119991, ГСП-1, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, строение 2, физический факультет, Россия

³ ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, Россия

⁴ ФГБОУ ВПО «Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского», 248023, г. Калуга, ул. Ст. Разина, д. 26, Россия

⁵ Ивановский филиал ФГБОУ ВПО «Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова», 153000, г. Иваново, ул. Дзержинского, д. 53, Россия

⁶ ФГБОУ ВПО «Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина», 153003, г. Иваново, ул. Рабфаковская, д. 34, Россия

Методами атомной силовой и растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа проведено изучение сколов и шлифов иттриевых феррит-гранатов $Y_3Fe_5O_{12}$ до и после магнитоимпульсной обработки.

Анализ результатов показал, что технология получения может существенно влиять на морфологию материала. В качестве примера на рис. 1 приведены микрофотографии участков сколов необработанных ферритов.

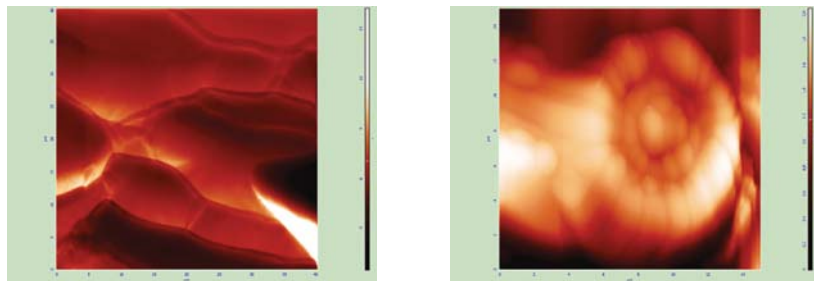


Рис. 1. Участки различных сколов необработанных ферритов-гранатов. На левом рисунке показан участок размером 40×40 мкм, на правом – 15×15 мкм.

На левом рисунке отчётливо видны границы кристаллитов, микрофотография позволяет провести оценку их размеров и характерных размеров межкристаллитных границ – такая структура была характерна для большинства из исследованных образцов. На правом рисунке представлена структура скола, наблюдавшаяся на исследованных образцах очень редко.

Магнитоимпульсная обработка 20 импульсами магнитного поля позволила для некоторых образцов наблюдать структуру поверхности, отличную от структуры тех же исходных образцов (до проведения термообработки); два типа таких поверхностей приведены на рис. 2.

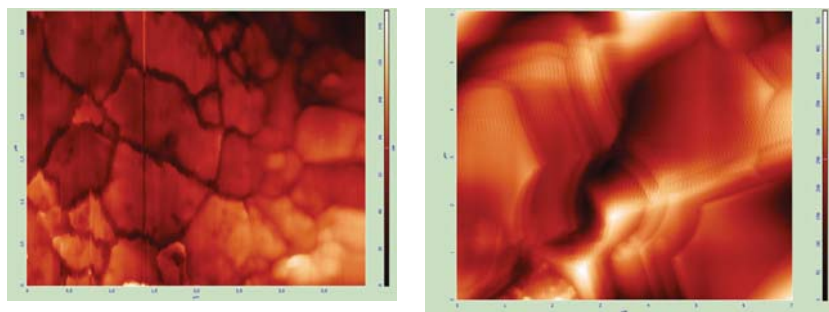


Рис. 2. Участки различных сколов ферритов-гранатов, обработанных 20 импульсами магнитного поля. На левом рисунке показан участок размером 4×4 мкм, на правом – 7×7 мкм.

Магнитоимпульсная обработка проводилась импульсами слабого магнитного поля ($10 \dots 100$ кА/м), использовался низкочастотный диапазон воздействия ($10 \dots 20$ Гц). Магнитоимпульсная обработка приводила к изменению физико-химических и прочностных характеристик материалов, а изменения состава различных участков образцов до и после магнитоимпульсной обработки не обнаружено.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания (проект № 1416).

АСМ-исследование эпитаксиальных слоев Au на сапфире.

В.П. Власов, А.Э. Муслимов, А.В.Буташин, А.Б.Колымагин, Е.А.Данилина, В.М. Каневский.

Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

Уникальные электрические и оптические свойства ансамблей нанокристаллов золота на диэлектрических подложках делают их перспективными материалами для применения в медицине, биосенсорике, фотонике, а каталитические свойства полезны в нанотехнологиях. Поэтому изучение процессов эпитаксии пленок золота и образования ансамблей золотых нанокристаллов представляется актуальным в научном плане и практически значимым. В работе выполнены исследования эпитаксиального роста пленок золота на структурированных подложках (0001) лейкосапфира при нагреве до 500°C . Наноструктуры на поверхности подложек формировались по методике описанной в [1]. Рост золота на таких подложках определялся температурой подложки. При температуре 300°C и скорости роста $0,2\text{ А/с}$ формировалась поликристаллическая пленка золота без признаков упорядочения. При уменьшении скорости роста до $0,09\text{ А/с}$ образуются нанокристаллы без какой-либо предпочтительной ориентации относительно поверхности сапфира (рис. 1,а). Нанокристаллы располагаются на остриях ступеней, что показывает трехмерное изображение (рис. 1,а). Этого следовало ожидать вследствие большого различия поверхностной энергии $\text{Au-Al}_2\text{O}_3$.

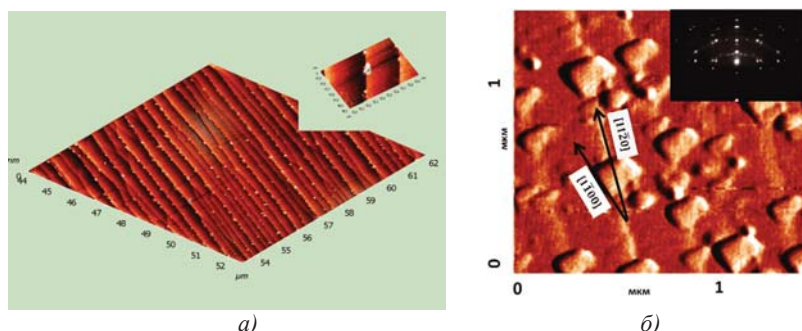


Рис. 1. АСМ – изображение пленки золота на поверхности (0001) сапфировой подложки при $T_{\text{п}}=300^{\circ}\text{C}$ (вставка- увеличенное изображение нанокристалликов золота) (а); при $T_{\text{п}}=500^{\circ}\text{C}$ (вставка – электронограмма от этой пленки) (б).

Можно отметить слабую адгезию Au к поверхности сапфира. При сканировании в контактной моде, когда зонд максимально прижат к поверхности, слабая адгезия приводит к формированию окна в пленке. Существенное изменение ориентации происходит в том случае, когда нанесение золота происходит при скорости роста 0,09А/с и температуре подложки 500°С (рис. 1,б). На рисунке наблюдаются ограненные нанокристаллы в виде прямоугольников со стороной до 0,2 мкм и более мелкие нанокристаллы треугольной и округлой формы. Наибольшую плотность имеют островки прямоугольной формы. Электронографический анализ (рис. 1,б) показал наличие 3-х преимущественных ориентаций:

$$\text{Au } (001)[010] \parallel \text{Al}_2\text{O}_3 (0001)[1\bar{1}00],$$

$$\text{Au } (111)[1\bar{1}0] \parallel \text{Al}_2\text{O}_3 (0001)[1\bar{1}20],$$

$$\text{Au } (112)[0\bar{2}1] \parallel \text{Al}_2\text{O}_3 (0001)[10\bar{1}0].$$

Данные ориентации оказались довольно устойчивыми при отжиге при температуре 500°С, что можно объяснить хорошим атомным совпадением по указанным направлениям.

Таким образом, ориентированный рост Au из газовой фазы на сапфировые (0001) подложки имеет место при нагревании подложки до 500°С. В условиях слабой адгезии между кристаллом и подложкой золото кристаллизуется на ребрах атомно-гладких ступеней подложки в виде нанокристаллов с соблюдением преимущественно 3 эпитаксиальных соотношений: плоскостями с высокой плотностью атомов (111), (100) и (211) параллельно плоскости (0001) Al₂O₃. Имеет место формирование упорядоченных вдоль ребер ступеней на подложке ансамблей нанокристаллы Au размером 100÷200 нм. При более низких температурах подложки на ней формируются неориентированные пленки золота.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН "Структурная диагностика материалов" при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (проект № RFMEFI62114X0005), Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий», Российского фонда фундаментальных исследований (грант №13-02-01065 а).

1. А.В. Буташин, В.П. Власов, В.М. Каневский, А.Э. Муслимов и др. // Кристаллография. 2012. Т. 57. № 6. С. 927.

Растровая электронная микроскопия пористого кремния, полученного методом ионной имплантации

В.В. Воробьев^{1,2}, Ю.Н. Осин¹, Д.А. Таюрский², А.Л. Степанов³

¹ Междисциплинарный центр Аналитическая микроскопия, КФУ,
420008, г. Казань, Кремлевская 18, Россия

² Институт физики, КФУ, 420008, г. Казань, Кремлевская 18, Россия

³ Казанский физико-технический институт РАН,
420029, г. Казань, Сибирский тракт 10/7, Россия

Представлены результаты по наблюдению структурного изменения приповерхностного слоя пористого Si, полученного методом высокодозовой низкоэнергетической имплантацией ионами благородных металлов [1]. В качестве исходного материала использовалась монокристаллическая подложка Si с кристаллографической ориентацией (100). Имплантация проводилась ионами Ag^+ с энергией 30 кэВ и плотности тока в ионном пучке 2 мкА/см² при дозе облучения от 6.25×10^{13} до 1.5×10^{17} ион/см² на ионном ускорителе ИЛУ-3. Анализ поверхности пористого Si проводился на растровом электронном микроскопе Merlin (Carl Zeiss), оснащенный энергодисперсионным спектрометром Aztec X-Max (Oxford Instruments) и детектором дифракции отраженных электронов NordLys HKL (Oxford Instruments).

Поверхность исходного монокристаллического Si гладкая и однородная (рис. 1а), на дифракционной картине наблюдаются четко выраженные линии Кикучи (рис. 2а). Автоматическая идентификация этой картины, выполненная с помощью программы Aztec 2.1, определяет монокристаллическую структуру с кристаллографической ориентацией (100). При облучении Si минимальной дозой (6.25×10^{13} ион/см²) морфология поверхности образца остается неизменной, как и в исходном Si (рис. 1б). На рис. 2б приведена дифракционная картина того же образца, состоящая из слегка размытых линий Кикучи. Компьютерная идентификация указывает на соответствие данной картины решетке Si, слегка подверженной разрушению и искажению. Дополнительно, на рисунке видны диффузные кольца, указывающие на частичную аморфизацию Si в имплантированном слое. Дифракционная картина Si, облученного при максимальной дозе (1.5×10^{17} ион/см²) показана на рис. 2в. Наблюдается практически полное исчезновение линий Кикучи, при этом остаются лишь диффузные кольца от аморфной структуры. Морфология данного образца, в отличие от исходной монокристаллической подложки, характеризуется ярко выраженной

пористой структурой Si, содержащий наночастицы серебра со средним размером 10 нм (рис. 1в). Увеличение содержания серебра в имплантированном Si с ростом ионной дозы контролировалось по спектрам ЭДС.

Таким образом, в работе электронно-микроскопическими методами показано изменение морфологии и химического состава поверхности Si, имплантированного ионами серебра. Полученные результаты по дифракции отраженных электронов позволяют проследить динамику трансформации кристаллической структуры Si в аморфную в течении имплантации в процессе порообразования.

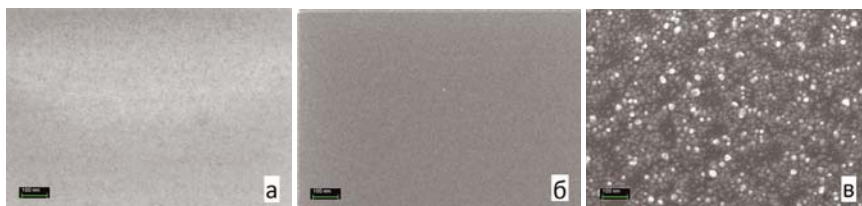


Рис. 1. СЭМ-изображения поверхности Si: а) исходного монокристаллического Si; б) облученного дозой 6.25×10^{13} ион/см²; в) облученного дозой 1.5×10^{17} ион/см².

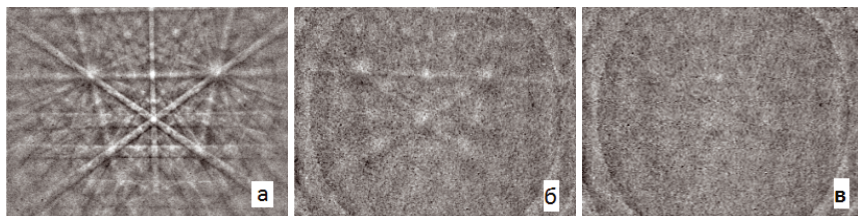


Рис. 2. Экспериментально полученные дифракционные картины: а) исходного неимплантированного монокристаллического Si; б) Si, облученного минимальной дозой 6.25×10^{13} ион/см²; в) Si, облученного максимальной дозой 1.5×10^{17} ион/см².

Работа выполнена при финансовой поддержке по гранту РФФИ 13-02-12012_офи.

1. A.L. Stepanov et al. New way for synthesis of porous silicon using ion implantation. Optoelectronics and Advanc. Mater. – Rapid Comm. (2013) V. 7, № 9-10, P. 692-697.

РЭМ и АСМ анализ сульфатцеллюлозных композитов с нано-и микродобавками

М.Э. Вылегжанина¹, С.А. Алексеева², А.А. Кутин¹, А.Я. Волков¹,
М.А. Пашков³, Суханова Т.Е¹

¹ *Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, В. О. Большой пр. д. 31, Россия*

² *Санкт-Петербургский Национальный Исследовательский Университет Информационных технологий, механики и оптики, 197101, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр. д. 49, Россия*

³ *ООО НПП «Диффузор», 199155, г. Санкт-Петербург, Уральская ул. д.1, Россия*

Целью работы являлось получение и исследование структурно-морфологических характеристик диффузоров - составной части электродинамических громкоговорителей [1], на основе сульфатцеллюлозных (СФА) композитов, содержащих добавки бактериальной наноструктурированной целлюлозы (БЦ) [2] или микрофибриллярной целлюлозы (МФЦ) методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Для получения композитов в волокна исходной сульфатцеллюлозы (СФА) вводили диспергированную БЦ, либо МФЦ как непосредственно в процессе изготовления, так и путем нанесения раствора БЦ на поверхность диффузоров для создания сэндвич-структур. РЭМ исследования проводили на приборе FEI INSPECT (FEI Company, США) в НОЦ-НТ НИУ ИТМО (Санкт-Петербург, Россия). АСМ исследования - на приборе Nanotop-206 (ОАО «Микротестмашины», Беларусь).

Как было показано ранее [3], введение наполнителей в СФА композиты микро- и наноструктурированных добавок приводит к улучшению их физико-механических (модуль упругости, прочность и разрывное удлинение увеличиваются в $1.1 \div 1.7$ раза) и акустических свойств. Увеличение модуля упругости сопровождается увеличением разброса поперечных размеров фибрилл в композитах.

На рис. 1а приведена РЭМ микрофотография диспергированной БЦ, на которой хорошо видны фибриллярные ленты шириной 90-110 нм. Введение добавок БЦ в СФА существенно влияет на морфологию, при этом изменяются диапазон размеров фибриллярных агрегатов и плотность образцов (рис. 1б). Анализ поперечных срезов сэндвич-структур показал, что композиты на основе СФА, модифицированной путем нанесения слоя БЦ на наружную поверхность (рис. 1в) и внутреннюю поверхность (рис. 1г) образуются слои различной толщины и морфологии.

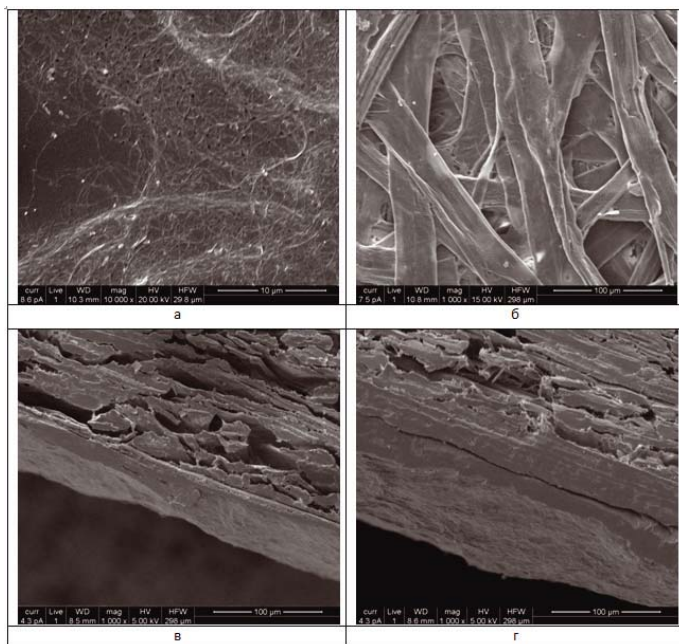


Рис. 1. РЭМ микрофотографии: а) диспергированной бактериальной целлюлозы *Glucanacetobacter Xylinus*, $\times 10000$; б) композита СФА+4% БЦ, $\times 1000$; в) слоя БЦ, нанесенной на внешнюю поверхность, $\times 1000$; г) слоя БЦ, нанесенной на внутреннюю поверхность, $\times 1000$.

Полученные результаты имеют большое значение при выборе материалов и определении оптимальных составов композитов для изготовления диффузоров с улучшенными амплитудно-частотными характеристиками.

Часть работы выполнена в рамках Научно-образовательного центра НОЦ-НТ НИУ ИТМО (Санкт-Петербург, Россия).

1. *Алдошина И. А. Электродинамические громкоговорители. – М.: Радио и связь. – 1989. – С. 272.*
2. *Баклагина Ю. Г., Хриунов А. К., Ткаченко А. А., Копейкин В. В., Матвеева Н. А., Лаврентьев В. К., Нилова В. К., Суханова Т. Е., Смыслов Р. Ю., Занавескина И. С., Ключковская В. В., Фейгин Л. А. Сорбционные свойства гель-пленок бактериальной целлюлозы. // Журнал прикладной химии. – 2005. – Т. 78. – № 7. – С. 1197–1202.*
3. *Алексеева С.А., Волков А.Я., Курындин И.С., Пашков М.А., Суханова Т.Е. Наноструктурные композиционные материалы на основе сульфатцеллюлозных волокон для изготовления диффузоров. // «Дизайн. Материалы. Технология» - СПб. – 2014. – Т. 35. – № 5 – С. 3-7.*

Анализ элементного состава тонких пленок методом ЭДС

Б.М. Галиуллин

*Казанский национальный исследовательский технический университет
им. А.Н. Туполева-КАИ*

Проблема экспрессного, локального, неразрушающего анализа элементного состава твердых веществ всегда стояла перед исследователями, работающими в металлургии, геологии и в микроэлектронике. Известные методы рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и Оже-электронная спектроскопия – весьма дорогие и трудоемкие, малопригодные для массовых измерений. Более благоприятными перспективами обладают микрорентгеновские анализаторы, использующие характеристическое излучение элементов, образующееся под действием пучка электронов, и позволяющих определять многие элементы в малых объемах вещества.

Для получения надежных результатов необходимо тщательно отрабатывать методику анализа конкретных образцов с учетом всех возможных причин ошибок. Применительно к анализу тонких пленок метод ЭДС имеет ряд дополнительных трудностей. Прежде всего, определяемые элементы, как правило, легкие и близкие по атомному номеру, а следовательно, на спектрах они плохо различаются, что затрудняет их количественный анализ. Исследуемые пленки обычно наносятся на кремниевую подложку, которая сама может вносить вклад в качественный анализ, особенно при малых толщинах пленки. Наконец, нанокompозитная пленка имеет структуру, отличную от структуры, заложенной в программу расчета спектров, что неизбежно вносит ошибку в результаты анализа.

В данной работе эти особенности энергодисперсионного анализа рассматриваются применительно к измерению элементного состава тонких пленок различных материалов, а также измерению толщины тонких пленок.

Были рассмотрены три метода измерения толщины тонких пленок:

- Метод измерения толщины при помощи EDS-детектора с применением программы для математического моделирования взаимодействия электронов с образцом CASINO.
- Метод измерения толщины тонких пленок с помощью EDS-детектора, при предварительной подготовке образца методом ионного утонения (IE) и дальнейшем сравнении профиля, полученного на EDS с профилем, полученным с помощью АСМ.

- Метод измерения толщины тонких пленок с помощью EDS-детектора при использовании изменяемой геометрии расположения образца относительно падающего электронного пучка.

Таким образом использование данных методов позволит оптимизировать методику исследования тонкопленочных структур при помощи энергодисперсионного рентгеноспектрального анализа.

Электронно-микроскопическое исследование заполнения низкоразмерных канавок и отверстий электролитическим никелем

Гасенкова И.В., Андрухович И.М.

Институт физики НАН Беларуси, 220072, Минск, пр. Независимости, 68, Беларусь

С применением анодного оксида алюминия в качестве матрицы методом гальванопластики были получены управляющие электроды в виде никелевых сеток для приборов диагностики космической плазмы на основе цилиндров Фарадея [1]. Предложенная методика позволяет получать различные прецизионные конфигурации и формы металлических деталей с использованием литографии. Возможность формирования деталей путем селективного заполнения металлом отверстий и канавок матрицы определяется изученностью процесса электрохимического осаждения металла.

Особенности заполнения элементов матрицы в виде канавок были исследованы в зависимости от геометрических размеров и аспектного соотношения (отношение глубины к ширине канавки). Исследование проводили на тестовых структурах, которые представляли собой группу канавок, глубиной 20, 40 и 60 мкм, шириной 10, 30, 60, 80, 100, 150 мкм, длиной 13 мм, с постоянным расстоянием между центрами 4 мм. Тестовые структуры формировали на предварительно выращенном оксиде методом фотолитографии, как и матрицы анодного оксида алюминия [1]. Рельеф и размеры контролировали, как и в работах [1-3], методом сканирующей электронной микроскопии (LEO-1420) поперечного сечения тестовых структур.

Подготовку поверхности алюминия перед анодированием проводили аналогично [1, 3]. Анодный оксид формировали в 0,3 М растворе шавелевой кислоты при плотности тока 100 А/м^2 , температуре электролита 10°C . Никель осаждали из электролита, содержащего 300 г/л $(\text{NH}_4\text{SO}_3)_2\text{Ni}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 30 г/л H_3BO_3 , 2 г/л NaF и 0,1 г/л лаурилсульфата натрия. Плотность тока при электрохимическом осаждении никеля составляла 100 А/м^2 , температура раствора $25\pm 1^\circ\text{C}$.

Морфология поверхностей (рис. 1) выявляет кристаллическую структуру осажденного никеля, что подтверждается рентгеноструктурными исследованиями. Размер зерен никеля составляет порядка $2\div 5 \text{ мкм}$.

В пределах каждой канавки наблюдается равномерное заполнение никеля по толщине. Поверхность никеля ровная без видимых выступов и впадин. Морфология боковой стенки повторяет рельеф матрицы, обусловленный морфологией анодного оксида алюминия.

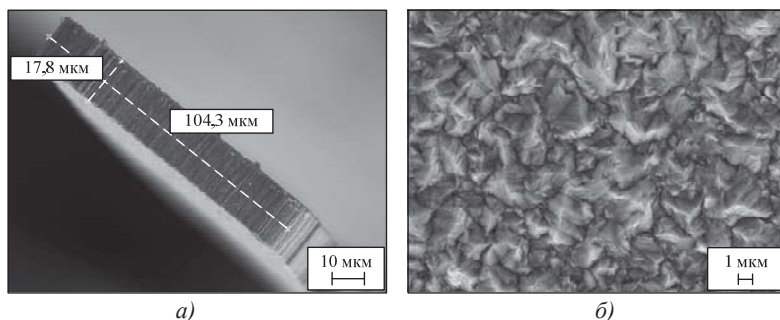


Рис. 1. Изображения: а) форма никеля, осажденного в один из элементов матрицы из анодного оксида алюминия ; б) морфология поверхности никеля.

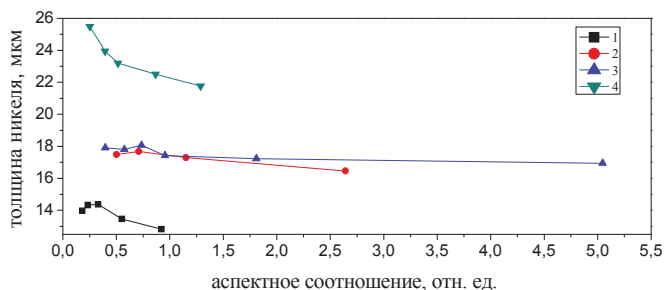


Рис. 2. Зависимость толщины осажденного никеля от аспектного соотношения размеров элементов матрицы. Толщина оксида матрицы 1 - 20 мкм, 2 - 40 мкм, 3 - 60 мкм, 4 - 40 мкм.

Как следует из графика (рис.2), наблюдается неоднородность в заполнении канавок различной ширины, с уменьшением аспектного соотношения увеличивается толщина никеля. Наибольший разброс по толщине никеля характерен для матриц меньшей толщины: при 40 мкм разница по толщине достигает 3,73 мкм и 1,22 мкм в зависимости от степени заполнения, при 60 мкм - 1,12 мкм, при 20 мкм - 1,55 мкм. Более равномерное заполнение канавок с различным аспектным соотношением наблюдается при определенном соотношении толщин осажденного никеля и матрицы: значение толщины никеля не должно превышать 50% толщины матрицы.

1. Н. И. Мухуров, И. В. Гасенкова, И. М. Андрухович. Нано- и микросистемная техника, 2015, 1, 48-56.
2. И. В. Гасенкова, Е. В. Остапенко. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, 6, 39-44.
3. И. М. Андрухович. Вести Национальной академии наук Беларуси, сер. физ.-мат. наук, приложение, часть 2, 2014, 3-6.

Исследование морфологии и структуры первапорационных мембран с тубулярными гидросиликатными наночастицами

Г.Н. Губанова, Т.Е. Суханова, М.Э. Вылегжанина, С.В. Кононова

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высоко-
молекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург,
Большой пр. В.О., д.31, Россия*

С целью создания новых первапорационных мембран для разделения смесей ароматических и алифатических углеводородов проведено комплексное исследование полимер - неорганических композитов на основе полиамидоимида (ПАИ) и гидросиликатных нанотрубок (Mg , Ni) $_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ со структурой хризотила. Установлено, что введение нанотрубок (НТ) гидросиликата Ni не оказывает значительного влияния на полимер, структура ПАИ, не нарушается. Напротив, мезоморфная структура ПАИ матрицы сохраняется только при низких концентрациях НТ гидросиликата Mg .

Методом АСМ изучена морфология поверхности композиционных пленок ПАИ-НТ(Ni) в сравнении с пленками ПАИ-НТ(Mg), полученных в одинаковых условиях. Установлена зависимость морфологии поверхности ПАИ пленок от их толщины. Исходная 35-микронная пленка характеризуется «зернистой» морфологией (Рис. 1а) с размером зерна до 100 нм ($R_a = 8.8$ нм), в то время как 11-микронная имеет ярко выраженную «губчатую» поверхность, отражающую структурные изменения полимера вблизи поверхности подложки (Рис. 1б).

Анализ топографии поверхностей пленок показал, что введение нанотрубок Ni приводит к ее сглаживанию при низком содержании НТ, высота рельефа не превышает нескольких нанометров. На АСМ-изображениях поверхности пленок в режиме фазового контраста не обнаружено наличия второй фазы, вплоть до концентрации наночастиц 7 вес. %. В этом случае (Рис. 1в) отчетливо наблюдаются агломераты нанотрубок, образующих кластеры, дендритоподобные и кластероподобные образования в приповерхностных слоях композиционной пленки, что приводит к увеличению высоты рельефа до 100-150 нм (Рис. 1в). Ранее было показано, что в отличие от Ni -НТ, нанотрубки Mg при превышении пороговой концентрации 5 мас.% «выталкиваются» на поверхность пленки с нарушением адгезионного контакта [1], что приводит к ухудшению эксплуатационных характеристик материала.

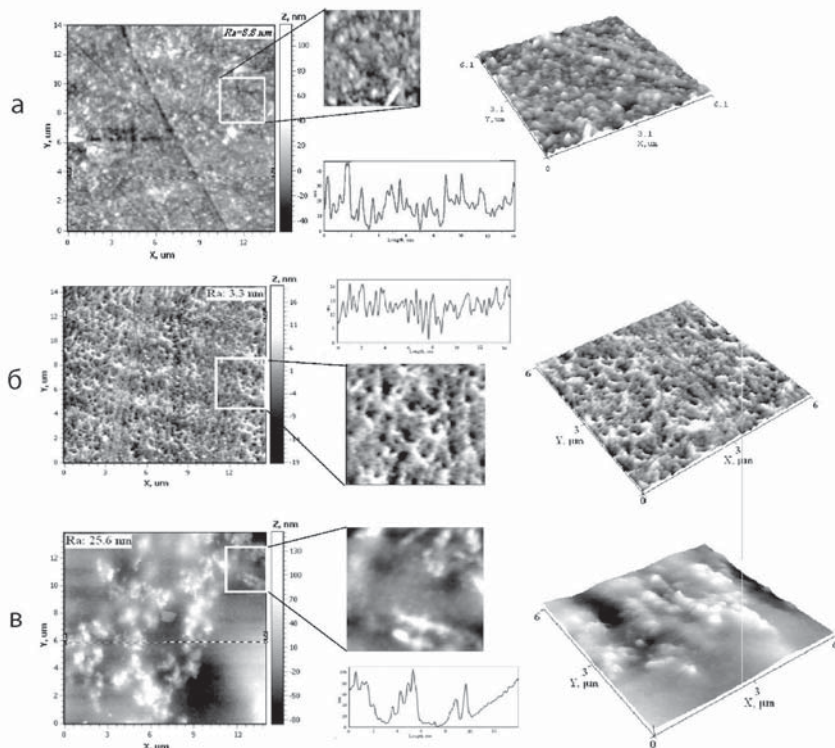


Рис. 1. АСМ-изображения топографии поверхности, профилограммы и 3D- изображения пленок: а – исходная пленка ПАИ (толщина 35 мкм), б - исходная пленка ПАИ (толщина 11 мкм), в - наноккомпозит с 7 масс.% НТ $\text{Ni}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ (толщина 35 мкм).

На основании АСМ-данных установлена корреляция транспортных свойств с морфологией поверхности композиционных пленок.

1. Gubanov, G.N., Kononova, S.V., Bronnikov, S.V., Romashkova, K.A., Sukhanova, T.E., Korytkova, E.N., Timpu, D., Cristea, M., Harabagiu, V. Nanocomposites based on Aromatic Polyamidolmide and Magnesium Hydrosilicate Nanotubes. // *J. Macromol. Sci. - 2014. - Part B. - V. 53. - № 4. - P. 555-567.*

Модификация металлических наноструктур с помощью ионных пучков

С.А. Гусев^{1,2}, Н.С. Гусев^{1,2}, Ю.В. Петров³, Н.В. Смирнов², Д. А. Татарский²

¹ Институт физики микроструктур РАН,
ул. Академическая, д. 7, Нижний Новгород, 607680

² Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
пр. Гагарина, 23, Нижний Новгород, 603950

³ МРЦ "Нанотехнологии" Санкт-Петербургского государственного университета,
ул. Ульяновская д. 1, Старый Петергоф, Санкт-Петербург, 198504

В докладе приведены результаты экспериментальных исследований, посвященных изучению влияния ионного облучения на кристаллическую структуру и магнитные свойства тонких одиночных пленок CoFe и многослойных структур Co-Pt. Основная цель работы состояла в оптимизации условий облучения для формирования структур с локально измененными магнитными свойствами (определение необходимой дозы для данного типа ионов, размера и расстояния между облучаемыми областями), и обнаружение происходящих при этом воздействиях структурных изменений. Общая толщина пленок магнитных структур составляла 10 – 30 нм, для облучения использовались остро сфокусированные пучки ионов He^+ и Ga^+ с энергией 30 кэВ. Дозы облучения имели величину значительно меньшую, чем используются при ионном распылении материалов (от 10^{12} до 10^{16} ионов/ см^2). Для диагностики магнитных состояний использовались магнитно-силовая микроскопия (МСМ) и магнито-оптические измерения.

При использовании частиц с энергиями в несколько десятков кэВ возможен быстрый нагрев поверхностных слоев материала вплоть до температуры плавления и выше с последующим быстрым охлаждением, возникают термомеханические напряжения [1]. Эти процессы способны привести к перекристаллизации металлических пленок, изменению размеров кристаллических зерен, размытию границ слоев и усилению диффузионных процессов в многослойных структурах. Структурные изменения кристаллического состояния пленок изучались методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновского дифракционного анализа. В ходе экспериментов, в частности, было обнаружено, что воздействие на пленку CoFe с небольшой коэрцитивностью (~ 20 Ое) ионным пучком Ga^+ с дозой $\sim 10^{15}$ ионов/ см^2 приводит к изменению фазового состава и существенному увеличению размеров кристаллических зерен, что в соответствии с известными экспериментальными данными и теоретическими предсказаниями (модель Имри-Ма) должно вызывать увеличение локальной коэрцитивности пленки.

Наиболее интересные изменения магнитных свойств структур были зафиксированы при облучении остро фокусированными пучками многослойных пленок Co-Pt, обладавших в исходном состоянии перпендикулярной анизотропией намагниченности.

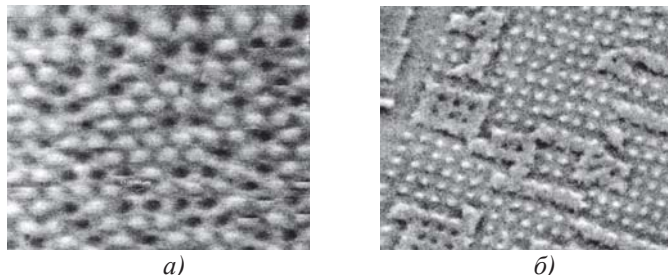


Рис. 1. MCM изображения многослойной структуры Co-Pt, доза облучения ионами He^+ а) $\sim 1 \times 10^{16}$ ионов/ см^2 ; б) $\sim 3 \times 10^{15}$ ионов/ см^2 . Диаметр и расстояние между модифицированными областями ~ 50 нм

На рис.1 представлено MCM изображения магнитных структур Co-Pt, после облучения с разными дозами, и разным дизайном. Минимальный диаметр ионного пучка может составлять ~ 1 нм. В данном эксперименте облучались области диаметром около 50 нм, упорядоченных в сотовую («гексагональную») и квадратную решетки с периодом 100 нм. Атомно-силовое исследование поверхности продемонстрировало отсутствие какого – либо рельефа, в то время как MCM измерения показали возникновение периодической магнитной структуры в процессе перемагничивания пленки. Анализ MCM изображения рис.1а показывает, что в облученных областях магнитная анизотропия типа «легкая ось» сменилась анизотропией «легкая плоскость», а в необлученных областях перпендикулярная намагниченность структуры сохранилась (темные и светлые области). Симметрия в распределении MCM сигнала облученных зон свидетельствует о скирмионном или вихревом распределении намагниченности в экспонированной области. Таким образом, ионное облучение может быть эффективным инструментом для формирования структур с неоднородными распределениями намагниченности. Минимальный размер модифицированных магнитных зон определяется процессами рассеяния ионов в материалах, и по предварительным оценкам (моделирование с помощью пакета программ TRIM) для He^+ пучков может иметь величину порядка 10 нм

В работе использовано оборудование ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур». Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ и Программ РАН.

1. В.И. Бойко, А.Н. Валяев, А.Д. Погребняк. УФН, 1999, 169, №11, 1243–1271.

Электронная микроскопия монокристаллических пленок твердого раствора висмут – сурьма, полученных методом зонной перекристаллизации под покрытием

Е.В. Демидов, В.М. Грабов, В.А. Комаров, Н.С. Каблукова,
А.Н. Крушельницкий, С.В. Сенкевич

*Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена,
191186, г. Санкт-Петербург, Россия*

В настоящее время проявляется повышенный интерес к электронным свойствам тонких пленок висмута и твердого раствора висмут-сурьма. Исследуемые пленки, как правило, имеют структуру блочного текстурированного кристалла, с ориентацией тригональной оси перпендикулярно плоскости подложки, что отмечается во многих работах, например в [1, 2].

В данной работе проведено экспериментальное исследование структуры, однородности состава пленок висмут-сурьма с содержанием сурьмы до 15 ат. %, полученных методом зонной перекристаллизации под покрытием на подложках из слюды и полиимида.

Исходные пленки для перекристаллизации получены дискретным термическим напылением в вакууме (10^{-5} мм. рт. ст.) на подложку при температуре 20 °С без отжига. В качестве подложек использовалась слюда (мусковит) и полиимид. Блочные пленки, используемые для сравнения, получены вакуумным дискретным термическим напылением.

Вещество для испарения представляло собой кусочки кристалла висмут-сурьма необходимой концентрации. В качестве защитного покрытия использовался слой бромистого калия толщиной 2–4 мкм, полученный методом вакуумного термического напыления. После завершения зонной перекристаллизации пленки защитное покрытие удалялось водой. Скорость движения расплавленной зоны составляла 2–2,5 см/час.

Рентгеноструктурные исследования пленок, проведенные на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7, показали ориентацию плоскости (111) параллельно подложке.

На рис. 1 приведено СЭМ изображение поверхности перекристаллизованной пленки на слюде после выявляющего химического травления (10%-й раствор смеси азотной (7 частей) и уксусной (6 частей) кислот). Как видно из рисунка, в поле зрения отсутствуют границы блоков, и все треугольные ямки травления одинаково ориентированы, в отличие от АСМ изображения, представленного на рис.2. Аналогичный вид имеет вся поверхность

Анализ распределения сурьмы вдоль направления движения зоны был проведен с помощью метода электронно-зондового рентгеновского микроанализа на сканирующем электронном микроскопе EVO-40 (Zeiss) оборудованным энергодисперсионным анализатором INCA Energy SEM (Oxford Instruments). На рис. 3-а приведены результаты исследования монокристаллической пленки $\text{Bi}_{88}\text{Sb}_{12}$ толщиной 1 мкм. Для сравнения на рис. 3-б приведены результаты аналогичного исследования пленки $\text{Bi}_{85}\text{Sb}_{15}$, полученной термическим напылением. Следует отметить отсутствие тенденции к росту или уменьшению значения концентрации вдоль направления роста кристалла. Уменьшение шага зондирования от 120 мкм до 5 мкм не привело к качественному изменению зависимости.

Рис. 3. Анализ распределения сурьмы в пленках $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$

1. В.М. Грабов, Е.В. Демидов, В.А. Комаров М.М. Климантов. Тезисы докладов XVI российского симпозиума по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ 2009), Черноголовка, 31 мая – 3 июня 2009 г. С.14.
2. В.М. Грабов, Е.В. Демидов, В.А. Комаров. ФТТ. 2010. Т. 52, № 6. С. 1219-1222.
3. Иванов Г.А., Грабов В.М. ФТП. 1995. Т. 29, № 5/6. С. 1040-1050.

Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии морфологии пленок MoO_3

С.В. Денисюк, О.Н. Куданович, Э.Э. Колесник

*Институт физики НАН Беларуси, , 220072,
г. Минск, пр. Независимости, 68, Беларусь*

Полупроводниковые адсорбционно-резистивные газовые сенсоры на основе тонких пленок оксидов металлов выгодно отличаются от других типов сенсоров простотой конструкции, технологичностью, низким энергопотреблением, улучшенными метрологическими характеристиками [1]. Помимо традиционных газочувствительных оксидов (SnO_2 , In_2O_3 , WO_3) ведется поиск новых материалов [2]. Известно, что оксид молибдена обладает каталитическими свойствами, но как чувствительный материал сенсоров практически не изучен [3]. Однако MoO_3 по своим физико-химическим характеристикам схож с оксидом вольфрама, который является одним из наиболее исследованных материалов в газовой сенсорике. В связи с этим представляет интерес получение и исследование тонких пленок MoO_3 с целью использования в газовой сенсорике.

В данной работе изучалась методом РЭМ поверхность тонких пленок молибдена и оксида молибдена, сформированных на поверхности нанопористого анодного оксида алюминия (АОА). Формирование тонких пленок Mo толщиной 0,3 – 0,4 мкм осуществлялось методом ионно-плазменного напыления. Тонкие пленки MoO_3 были получены путем термического окисления пленки металла. Окисление образцов осуществлялось на воздухе со скоростью нагрева 2 °С/мин в интервале температур 300 – 750 °С. Методом растровой электронной микроскопии исследована поверхность пленки молибдена и пленок, подвергнутых термическому окислению при температурах 350, 400 и 450 °С.

Пленка молибдена имеет мелкозернистую структуру (рис. 1а), повторяющую морфологию поверхности подложки АОА. РЭМ-изображение поверхности образца (рис. 1б), полученного окислением металлической пленки при температуре 350 °С, демонстрирует образование отдельных кристаллитов с размерами от 100 до 200 нм. При температуре 400 °С происходит образование однородной пленки. Методом рентгенофазового анализа установлен фазовый состав полученной пленки: MoO_3 с орторомбической кристаллической решеткой. Пленки оксида молибдена, полученные окислением при температуре 400 °С, имеют поликристаллическую структуру с характерными размерами отдельных кристаллитов от 100 до 500 нм (рис. 1в).

Окисление при более высокой температуре (450°C) приводит к образованию поликристаллической оксидной пленки с размером кристаллитов от 100 до 300 нм (рис. 1г). Отличия в размерах кристаллитов пленок MoO_3 , полученных при разных температурах, можно объяснить процессом сублимации оксида. В интервале температур 500 – 550°C наблюдается быстрая сублимация пленки оксида молибдена, что свидетельствует о отличиях ее свойств от массивных образцов, для которых температура сублимации составляет 740°C.

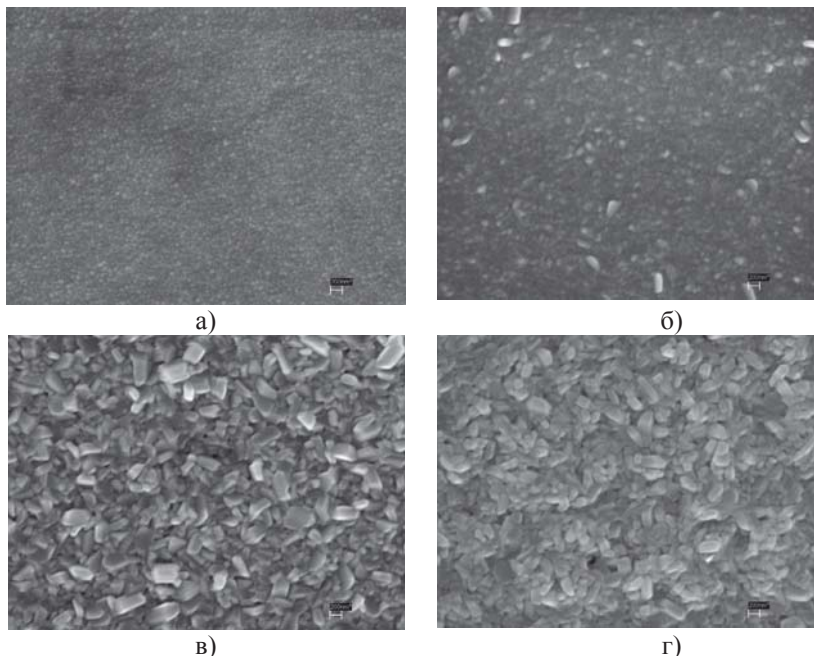


Рис. 1 – РЭМ-изображения: а) исходной пленки Mo; пленка Mo, окисленная при температуре б) 350°C, в) 400°C г) 450°C

Литература

1. Н.И. Мухуров, Г.И. Ефремов, О.Н. Куданович. Устройства микромеханики и микросенсоры на нанопористом оксиде алюминия. – Мн.: Бестпринт, (2005), 112.
2. Yu-Feng Sun [et. al]. Sensors, (2012), 12(3), 2610 – 2631.
3. G. Eranna. Metal Oxide Nanostructures as Gas Sensing Devices. – CRC Press, (2011), 336.

Контраст изображения в РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов с селекцией по энергии

Д.М. Долгинцев¹, В.А. Полищук², В.П. Пронин¹

¹ РГПУ им. А.И. Герцена, 191186, Санкт-Петербург, наб. р. Мойки 48

² Санкт-Петербургский университет ИТМО, 197101, Россия, Санкт-Петербург

Одной из методик, реализуемой в современных РЭМ, является методика регистрации отраженных электронов с селекцией по энергии, позволяющая в принципе выделять электроны с малыми потерями энергии – квазиупруго отраженные электроны. Существенным достоинством указанной методики является относительная простота количественной интерпретации результатов в рамках модели кратного упругого рассеяния электронов атомами твердого тела [1]. В настоящей работе проведен анализ контраста изображений, получаемых детектором ESB микроскопа «Merlin» фирмы «Zeiss» в режиме селекции электронов по энергии. Измерения проведены при энергиях первичных электронов от 300 до 3000 эВ и потенциалах, подаваемых на селектирующую сетку детектора 0–1500 В.

Исследовались кремниевые тестовые образцы, используемые в атомно-силовой микроскопии – TGT1, фирмы «НТ-МДТ», покрытые пленками различных веществ: от углерода до золота. Структура поверхности исследуемых образцов, приведенная на рис. 1, получена на атомно-силовом микроскопе «Solver P-47» и представляет собой «пирамидки» с характерной высотой порядка 300 нм.

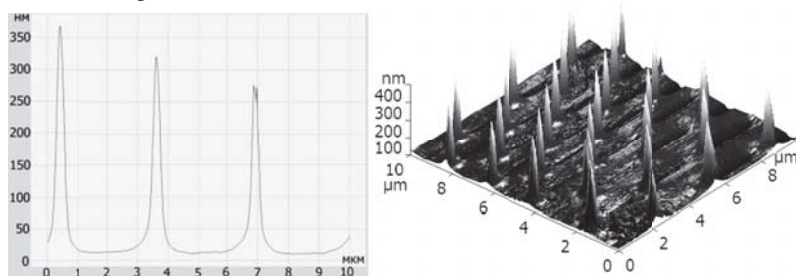


Рис. 1. Структура поверхности кремниевого тестового образца TGT1, полученная на атомно-силовом микроскопе.

На рис. 2 в качестве примера приведены изображения образцов для энергии электронов $E = 1.5$ кэВ для различных потенциалов, подаваемых на задерживающую сетку детектора ESB. Как оказалось, увеличение потенци-

ала приводит к уменьшению контраста изображения. Однако, при U более 600 В формируется инвертированное изображение «пирамидок».

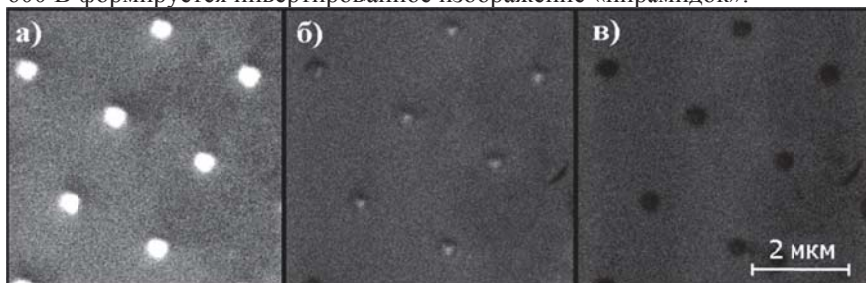


Рис. 2. РЭМ-изображение поверхности кремнивого образца TGT1, $E = 1.5$ кэВ. Задерживающий потенциал на сетке: а) 0 В; б) 400 В; в) 600 В.

На рис. 3 приведены аналогичные результаты для того же образца, на поверхность которого был нанесен достаточно толстый слой углерода. В этом случае как видно увеличение задерживающего потенциала сетки детектора ESB приводит к уменьшению контраста изображения. При энергии задержки U более 800 В, контраст изображения практически отсутствует.

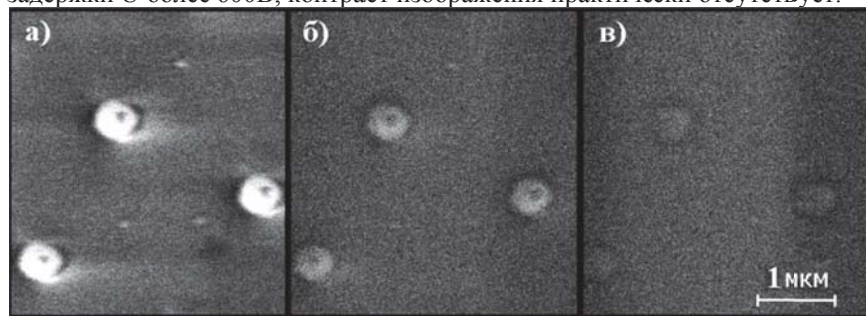


Рис. 3. РЭМ-изображение поверхности образца Si TGT1 с углеродным покрытием, $E = 1$ кэВ. Задерживающий потенциал на сетке: а) 0 В; б) 400 В; в) 800 В.

Обсуждаются эффекты снижения контраста изображения при увеличении задерживающего потенциала детектора ESB, а также обнаруженные эффекты инверсии контраста изображения.

Работа поддержана государственным контрактом «Обеспечение проведения научных исследований» 2014/190 Мин.обр.науки.

1. *V.P. Pronin, I.I. Khinich, I.A. Chistotin.* // Technical Physics Letters. 2008, 34, 10, 825-827.

Сравнение кинетических (катодолуминесцентных, эмиссионных и зарядовых) характеристик диэлектриков при электронном облучении

Е. Н. Евстафьева¹, И. А. Девятков¹, И. Н. Крупатин¹, Э. И. Рау¹,

А. А. Татаринцев²

¹ Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва

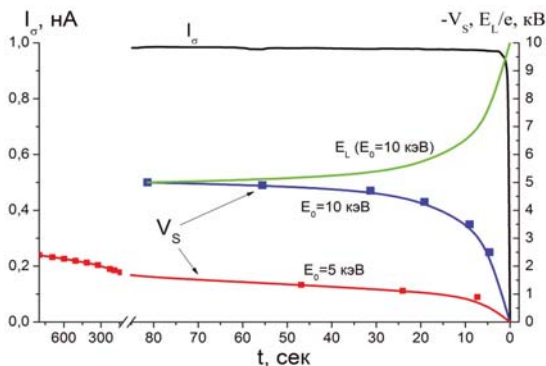
² Физико-технологический институт РАН

При исследовании эффектов зарядки диэлектрических мишеней под воздействием облучения электронами низких и средних энергий (0.3 – 30 кэВ) в растровом электронном микроскопе (РЭМ) до сих пор не решен окончательно дискуссионный вопрос о длительности времени зарядки – времени наступления квазиравновесного состояния, когда коэффициент эмиссии электронов σ становится равным единице, а величины аккумулированного заряда θ и поверхностного потенциала V_s достигают постоянного значения. Причём противоречия в оценках наступления равновесного значения зарядки огромны: при одних и тех же дозах электронного облучения однотипных образцов результаты принципиально различны – от десятков и сотен миллисекунд [1] до десятков и сотен секунд [2]. Корни указанного противоречия лежат с одной стороны, в недостаточно исчерпывающей теоретической модели двухслойного генерируемого заряда [3], и с другой стороны, неправильной предпосылки о длительности процесса зарядки как времени наступления равенства $\sigma = 1$. В [4] нами показано, что при зарядке доминирующим (ведущим) процессом является накопление отрицательных зарядов в мишени, их постепенная релаксация в необлученную область с постоянной «подпиткой» в процессе облучения вновь аккумулируемыми на ловушках электронами. А в качестве подстраивающегося (ведомого) процесса является саморегулирующееся изменение коэффициента эмиссии электронов σ .

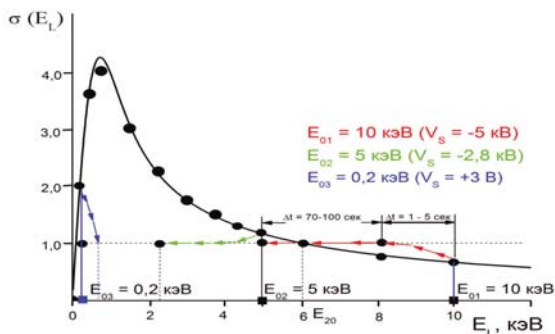
Прямым доказательством этого утверждения являются типичные результаты, приведённые на рис. 1. Они демонстрируют кинетику измеренных значений поверхностного потенциала V_s , текущей энергии облучающих электронов E_L , тока эмиссии электронов при облучении поликристалла Al_2O_3 . Параметры облучения: ток зонда $I_0 = 1$ нА, энергия облучающих электронов $E_0 = 5$ и 10 кэВ, доза облучения 10^4 нКл/см² сек.

Основные выводы из результатов измерений следующие. Во-первых, время полной зарядки $V_s(t)$ лежит не в миллисекундном диапазоне, а равно десяткам секунд, что подтверждается и зависимостью $Q(t)$. Однако характеристика тока эмиссии $I_e(t)$ является более кратковременной, чем $V_s(t)$ и

$Q(t)$, поэтому по времени достижения квазиравновесного значения $I_\sigma = 1$ нельзя судить о времени наступления равновесного состояния – полной зарядки диэлектрической мишени. Время достижения $I_\sigma = 1$ характеризует только первую, быструю составляющую времени зарядки (до 1 секунды). Затем наступает вторая, долговременная стадия зарядки (от единиц до сотен секунд), характеризующаяся перераспределением зарядов Q_+ и Q_- .



(a)



(б)

Рис. 1 Поведение временных характеристик зарядки диэлектрика при электронном облучении

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 15-02-01557)

1. H. J. Fitting, M. Touzin // *J. Appl. Phys.* 2011. V.100, p.044111
2. Э. И. Рай, Е. Н. Евстафьева, М. В. Андрианов // *ФТТ.* 2008. Т. 50, с. 599
3. J. Cazaux // *J. Appl. Phys.* 1999. V. 85, p.11.
4. Е. Н. Евстафьева, Э. И. Рай, А. А. Татаринцев // *Вестник МГУ, серия: Физика, Астрономия.* 2013. N 2, с.34.

Наночастицы и нанокompозитные материалы на основе диоксида кремния функционализированного производными *n*-трет-бутилтиакаликс[4]арена

В.Г. Евтюгин¹, В.В. Горбачук², И.И. Стойков², Ю.Н. Осин^{1,3}

1 Междисциплинарный центр Аналитическая микроскопия, Казанский (Приволжский) федеральный университет, 420008, г. Казань, Кремлёвская 18, Россия

2 Химический институт им. А.М. Бутлерова, Казанский (Приволжский) федеральный университет, 420008, г. Казань, Кремлёвская 18, Россия

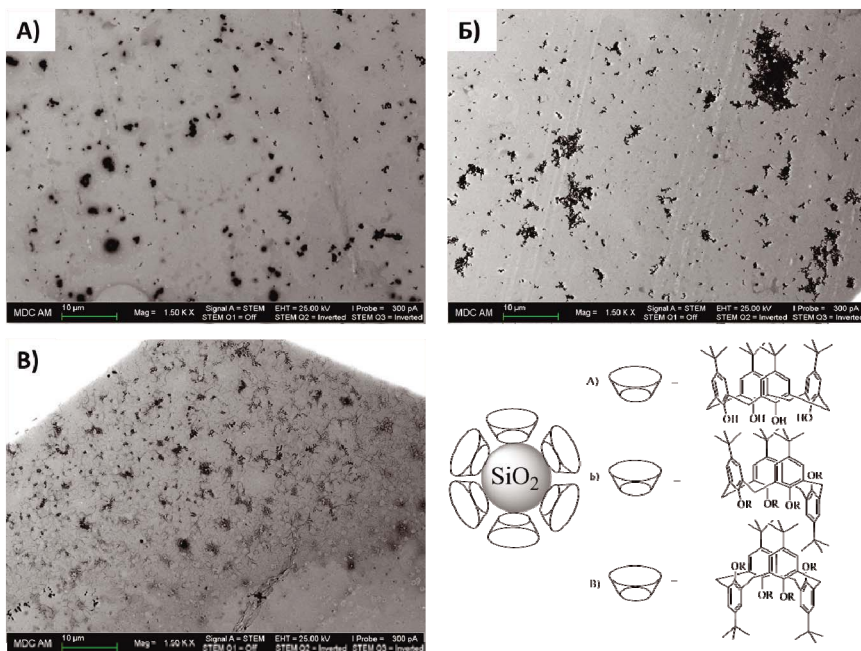
3 НОЦ Современные геофизические технологии, Казанский (Приволжский) федеральный университет, 420008, г. Казань, Кремлёвская 18, Россия

Контроль дисперсности наночастиц и наноразмерных наполнителей в композитных материалах является одной из ключевых проблем при создании нанокompозитных материалов с заданными техническими характеристиками. В литературе предложен ряд подходов к решению данной задачи, сводящихся к модификации поверхности наночастиц заряженными, линейными и полимерными фрагментами, а также к получению наночастиц непосредственно в полимерной матрице. Данные методы позволяют получать вещества с заданными термомеханическими свойствами, однако для направленного синтеза материалов с высокой селективностью связывания субстрата необходим другой подход – заключающийся во введении предорганизованных рецепторных групп к поверхности наночастиц. Следует отметить, что в подобных работах исследуются связывающие свойства, но не агрегация наночастиц.

Нами проведено исследование влияния условий модификации наночастиц диоксида кремния и конфигурации производных тиаликсарена на размеры и морфологию образующихся при модификации поверхности агрегатов наночастиц диоксида кремния. Методами сканирующей электронной микроскопии в режиме STEM получены изображения позволяющие определить морфологию и степень агрегации наночастиц диоксида кремния как в растворе, так и в композитных материалах на основе диоксида кремния и полидиметилсилоксана.

Электронно-микроскопические исследования выполнены на базе Междисциплинарного центра «Аналитическая микроскопия» КФУ.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 13-03-12027 офу_м



Изображения STEM (Merlin Carl Zeiss) (на вставках): наночастицы диоксида кремния функционализированные производными тиакаликсарена в конфигурации конус (А), частичный конус (Б), 1,3-альтернат (В).

Анализ структуры тригонального карбида хрома в белом чугуने

М.А. Ермаков¹, Хосен Ри¹, Э.Х. Ри¹, В.В. Воробьев²

¹Тихоокеанский государственный университет,
680042, г. Хабаровск, Тихоокеанская 136, Россия

²Казанский (Приволжский) федеральный университет,
420008, г. Казань, Кремлевская 18, Россия

Современному машиностроению необходимы материалы, обладающие широким спектром специальных свойств, таких как высокая прочность, износостойкость, коррозионностойкость, жаростойкость и др., способных обеспечить безотказную работу деталей и оборудования в различных условиях эксплуатации [1]. Необходимыми свойствами, а так же низкой стоимостью, обладают легированные белые чугуны. Одним из способов повышения физико-механических свойств является легирование хромом. Однако, выпуск и внедрение в производство отливок из комплексно-легированных белых чугунов ограничены и сдерживаются из-за дороговизны и дефицитности легирующих элементов (Cr, Ni, V, Mo, W и др.), входящих в состав лучших отечественных и зарубежных марок хромистых чугунов.

Наибольшими эксплуатационными показателями обладают хромистые чугуны, содержащие в структуре тригональный карбид хрома $(\text{Fe,Cr})_7\text{C}_3$ [1].

Основным направлением исследования является получение в структуре белого чугуна тригонального карбида хрома при меньшей добавке хрома путем модифицирования различными комплексными модификаторами.

В качестве исходного использовали чугун состава, мас. %: 2,0...2,1 C; 1,0...1,1 Si; 0,5...0,6 Mn; 0,1 S и P; 8,0 Cr. В качестве модификатора использовался комплексный модификатор ФСМг-7 в концентрациях от 0 до 0,30 мас. %, имеющий химический состав мас. %: 6,5...8,5 Mg; 0,2...1,0 Ca; 0,3...1,0 PЗМ; 45...55 Si; $\text{Al} \leq 1,2$; остальное Fe. Образцы исследовались в литом состоянии, термообработка не производилась.

В чугунах, концентрация хрома которых превышает 10%, образуется тригональный карбид $(\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$, первичные кристаллы которого имеют форму «карандаша» (рис.1). Растут данные кристаллы в направлении тригональной оси в виде длинных дитригональных призм. Эвтектические колонии аустенит + карбид Cr_7C_3 образуются на базе кристаллов карбида и представляют собой взаимно проросшие кристаллы карбида и аустенита. В процессе кристаллизации базовый карбидный стержень и его ветви разделяются, а кристаллизация аустенита происходит между кристаллами карбидного скелета [2].

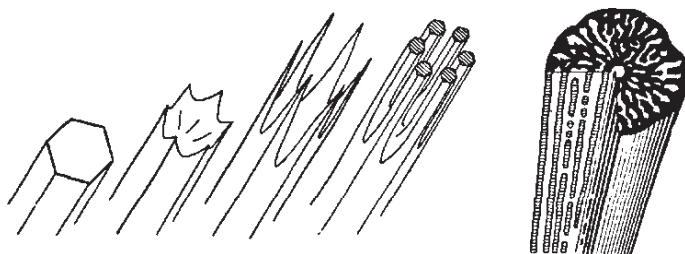
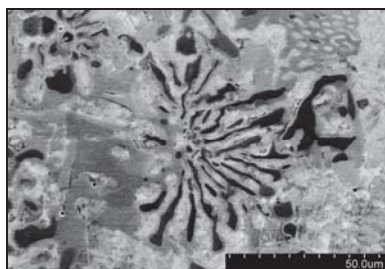


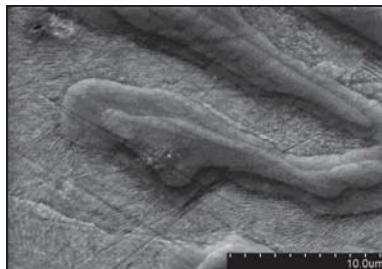
Рис. 1. Схема формирования эвтектической колонии в высокохромистом чугуне

По мере увеличения добавок ФСМГ-7 до 0,15 мас.% в структуре белого чугуна начинает происходить замена ледебуритной эвтектики тригональным карбидом хрома.

На рис.2 видно, что тригональный карбид не однороден и содержит 2 фазы.



а)



б)

Рис. 2. Изображение структуры белого чугуна, полученное на СЭМ (Hitachi Su-70) а) в отраженных электронах; б) во вторичных электронах

Результаты микрорентгеноспектрального анализа показали, что центры карбидных включений имеют следующий химический состав мас. %: 26 Cr; 7 C; 67 Fe, а фазы вокруг центров мас. %: 15 Cr; 5 C; 80 Fe. Фазовый анализ карбидов так же показал наличие двух фаз: $(Cr,Fe)_7C_3$ в центре карбида и $(Cr,Fe)_3C$ вокруг центра. Очевидно, что в обогащенной хромом жидкости расплава в первую очередь кристаллизуется тригональный карбид хрома и по мере обеднения расплава хромом на поверхности кристаллов тригонального карбида образуется легированный цементит.

1. Хосен Ри, Э.Х. Ри Комплексно легированные чугуны специального назначения / Владивосток: Дальнаука ДВО РАН, 2000, 278 с.
2. К.П. Бунин, А.А Баранов. Металлография / Изд-во «Металлургия», 1970, 256 с.

Морфология поверхности электроспиннинговых матов после различной обработки по данным РЭМ

В.Г. Жигалина¹, Ив.И. Пономарев², О.М. Жигалина¹, И.И. Пономарев²

1 ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333,
г. Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

2 ФГБУН Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН,
г. Москва

Сегодня очевидно, что ведущая роль среди альтернативных источников энергии XXI века будет принадлежать водородным топливным элементам (ТЭ), в том числе элементам на твердополимерной протонпроводящей мембране [1]. Для решения задачи широкого применения топливных элементов необходимо, с одной стороны, увеличивать скорость электродных реакций, а с другой - уменьшать содержание драгоценных металлов-катализаторов.

Платина как катализатор необходима для реакции водородного окисления на аноде. Для увеличения площади поверхности катализатора платину используют в виде наночастиц, нанесённых на углеродные носители. Сегодня применяют такие подложки, как ОСУНТ, МСУНТ, УН-нити. В качестве углеродных носителей используются высокопористые маты углеродных нановолокон (УНВ) [2, 3], полученные методом электроспиннинга (ЭС) [1, 4].

Маты УНВ на основе полиакрилонитрила (ПАН) или его смесей с поливинилпирролидоном (ПВП) получали методом ЭС. Маты толщиной 10-85 мкм подвергали окислительному прогреву при 250°C в течение 6 часов в термощкафу с циркуляцией воздуха, а затем карбонизации в вакууме при температурах 1200 или 2800 °C. Затем ПАН-маты отжигали с целью карбонизации волокон и наносили наночастицы платины.

В данной работе с помощью метода растровой электронной микроскопии определяли влияние обработки поверхности матов УНВ и связанного с ней нанесения катализатора на структуру композитов Pt/УНВ сформированных каталитических систем.

Морфологию композита исследовали на микроскопах FEI Quanta 250 при 30 кВ, а также FEI Helios 600 DualBeamTM NanoLab при 10, 30 кВ и в иммерсионном режиме.

Показано, что композиты на основе волокон могут наиболее эффективно работать в случае равномерного покрытия наночастицами Pt анизотропной формы. При этом наиболее равномерное покрытие обнаружено в случае карбонизации волокон в присутствии Fe, полимеров (PVP/PI). Установлено, что морфология, концентрация покрытия и размеры наночастиц катализатора определяются способом обработки матов, а также способом нанесения платины:

- платинирование нитей путем восстановления из кислоты (ГХПК) при повышенной температуре ($T=2800^{\circ}\text{C}$) приводит к образованию равномерно распределенного покрытия частиц платины сферической формы;
- платинирование нитей путем восстановления из ГХПК при комнатной температуре приводит к образованию частиц различной морфологии - столбчатых

(направление роста перпендикулярно оси нити) и сферической формы с большим средним размером;

- обработка ультразвуком при восстановлении при комнатной температуре приводит к появлению несплошного покрытия УНВ и образованию частиц произвольной формы.

Работа частично выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 11-03-12115-офи-м-2011).

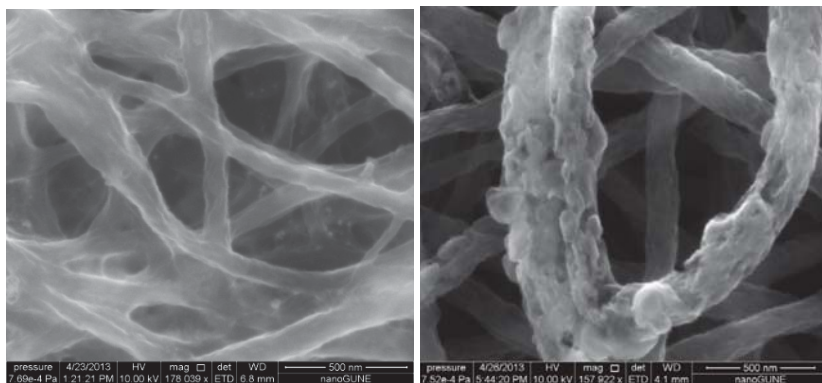


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности волокон без металла: мат ПАН-ПВП (ПИ), обработанный полимерами (а); волокна мата после отжига при $T=1200$ и 2800°C без обработки ПВП (б).

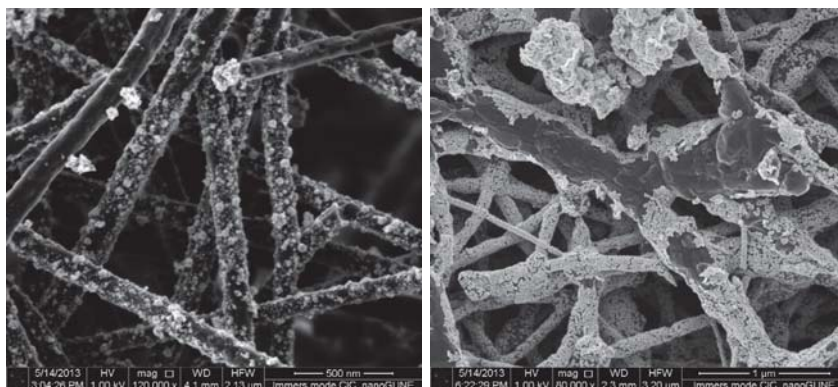


Рис. 2. РЭМ-изображения матов УНВ, покрытых платиной: мат ПАН-1200-УЗ-МК после обработки ультразвуком (а); мат ПАН-ПВП-1200-Fe-Pt-МК после обработки в кислоте (б).

1. «Membranes for Energy Conversion» v.2, Edited by Klaus-Viktor Peinemann and Suzana Pereira Nunes, WILEY-VCH Verlag Gmdy & Co. 2008; www.basfuelcell.com/en/projects/celtec-mea.htm

2. Пономарев И.И., Пономарев Ив.И., Филатов И.Ю. *et al.* // ДАН. Сер. физ. 2013. Т. 448. № 6. С. 670.

3. Zexuan Donga, Scott J. Kennedyb, Yiquan Wu. // Journal of Power Sources. 2011.V. 196. P. 4886.

4. Конкин А.А. Углеродные и другие жаростойкие волокнистые материалы / А.А. Конкин. М.:Химия, 1974. 376 с.

Применение ионных пучков для изучения структуры порошка цинка

О.М. Жигалина¹, В.Г. Жигалина¹, А.Л. Чувилин^{2,3}, Д.Н. Хмеленин¹, Н.Г. Березкина⁴, А.Н. Жигач⁴, Е.С. Афанасенкова⁴, И.А. Лейпунский⁴, М.Л. Кусков⁴

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский проспект 59, Россия

² CIC nanoGUNE Consolider Tolosa Hiribidea, 76 E-20018 Donostia – San Sebastian, Spain

³ IKERBASQUE. Basque Foundation for Science, Bilbao, Spain

⁴ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН

Интерес к дисперсным порошкам цинка проявляется во многих сферах человеческой деятельности: биологии, медицине, катализе, пиротехнике и т.д. При этом известно, что размер, структура и морфология частиц во многом определяется способом и условиями их получения. Целью данной работы было исследование структуры частиц порошков, полученных левитационно-струйным методом Гена-Миллера [1] в потоке водорода.

РЭМ-исследования проводили на микроскопе Helios NanoLab DualBeam при ускоряющих напряжениях 2-10 кВ с использованием иммерсионного режима. Для анализа структуры частиц больших размеров (более 1.5 мкм) применяли метод фокусированных ионных пучков (ФИП): частицы одинаковой морфологии были разрезаны ионным пучком в колонне электронного микроскопа так, чтобы получить одновременно две проекции структуры параллельно плоскостям {0001} и (-12-10). В результате были исследованы тонкие срезы частиц, которые в силу своих размеров, непрозрачны для электронного пучка. ПЭМ, ВРЭМ и ЭДА-анализ проводили на микроскопе Теспаі G²30ST при ускоряющем напряжении 300 кВ.

Частицы порошка имели размеры 50 нм - 2 мкм и форму, характерную для кристаллов гексагональной сингонии, при этом выделяются три вида частиц с различным типом огранки: частицы, состоящие из стопок узких пластин с базисными плоскостями роста {0001}, (рис.1а,б), монокристаллические частицы («бочонки с крышечкой»), огранённые в основном плоскостями призмы типа {1100}, а также плоскостями {0001} (рис.1в); частицы, имеющие форму пирамиды с огранкой {1100}, {01-12}, {0001}. В иммерсионном режиме, при низких ускоряющих напряжениях, видно, что на поверхности всех частиц порошка присутствовали мелкие частицы размером до 10 нм.

Анализ дифракционных картин, ПЭМ и ВРЭМ-изображений показал, что независимо от типа огранки и размеров частицы имеют гексагональную

кристаллическую решётку. Монокристаллические пластины (рис1а) не имеют какой-либо значительной разориентации в плоскости базиса (0001). Кроме рефлексов от гексагональной фазы на электронограммах присутствовали кольца, свидетельствующие о наличии мелких кристаллов и соответствующие межплоскостным расстояниям фазы ZnO – цинкит. ВРЭМ-исследования и Фурье-анализ также выявили на поверхности частиц слой толщиной около 10 нм с межплоскостными расстояниями, которые хорошо соответствуют цинкиту (рис.2).

Рис. 1. РЭМ-изображения частиц цинка различной морфологии. а),б) – частицы состоящие из стопок тонких пластин, в – частицы в форме бочонков с крышками

Рис.2. Срезы частиц, изображённых на рис. 1а,б, выполненные в колонне микроскопа Helios NanoLab DualBeam с помощью ФИП, плоскости срезов (0001) и (-12-10). На вставке – фильтрованное ВРЭМ-изображение слоя на поверхности кристалла Zn и соответствующая Фурье-дифрактограмма.

Исследование продуктов термической деструкции ионной жидкости методом РЭМ

О.Е. Журавлев¹, А.И. Иванова¹, Р.М. Гречишкин^{1,2}

¹Тверской государственный университет, 170002, г.Тверь ул. Желябова, 33

²Национальный исследовательский технологический университет "МИСЦ", 119049, Москва, Ленинский проспект, 4

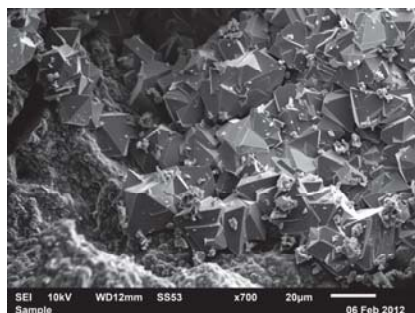
В последние годы растет количество обзоров, публикаций и патентов по различным аспектам получения и использования ионных жидкостей (ИЖ) [1-2]. Ионные жидкости – вещества, которые являются жидкостями при температуре ниже 100⁰С и состоят из объемных органических катионов и разнообразных органических или неорганических анионов. Отдельные представители данного класса соединений уже сейчас нашли применение в различных областях промышленности: в качестве катализаторов, в производстве полимерных и композиционных материалов, аккумуляторов повышенной емкости, конденсаторов и др. Ранее нами исследовалась термическая стабильность ряда тетрахлорферратов 1,3-диалкилимидазолия. В процессе изучения термической стабильности тетрахлорферратов методом термогравиметрии в интервале 25 – 900 ⁰С, после термической деструкции был получен неразложившийся остаток, предположительно оксида железа.

Цель данной работы – исследование неразложившегося остатка после термической деструкции ионной жидкости – N-децилпиридиний тетрахлорферрата (III) при различных температурах методом РЭМ. В работе использовался растровый электронный микроскоп JEOL JSM 6610-LV с энергодисперсионным рентгеноспектральным анализатором.

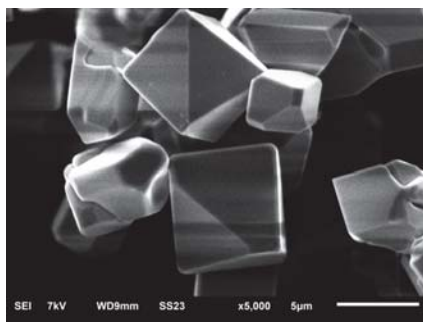
Термическое разложение ионной жидкости проводили путем сжигания навесок ионной жидкости в муфельной печи в воздушной атмосфере при температурах 500, 700 и 900⁰С в течение 30 мин. Для сравнения также был исследован продукт термического разложения исходного хлорида железа (III), который использовался для синтеза тетрахлорферрата N-децилпиридиния. В результате разложения ионной жидкости и хлорида железа (III) при различных температурах во всех случаях обнаруживается оксид железа (III) (Fe₂O₃). На рисунке 1 представлены электронно-микроскопические изображения образцов после термической деструкции ИЖ и хлорида железа (III). Как видно из рисунка, при термической деструкции (700⁰С) тетрахлорферрата (III) N-децилпиридиния преимущественно образуются частицы октаэдрической формы с размерами 5-10 мкм (рис.1. а,б). Напротив, при деструкции хлорида железа (III) при той же температуре образуются частицы меньшего размера (2-5 мкм) преимущественно кубической формы (рис.1. г). В обоих случаях образуются кристаллы

Fe_2O_3 с достаточно высокой степенью симметрии кристаллов. При де-струкции ионной жидкости при температуре 900°C наблюдается образова-ние частиц оксида железа в виде пластинок с размерами от 5 до 10 мкм (рис.1. в).

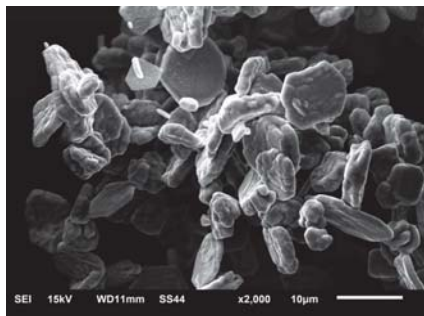
Таким образом, показано, что в результате термической деструкции ионной жидкости частицы неразложившегося остатка имеют октаэдриче-скую форму (оксид железа (III)), и кубическую форму (хлорид железа (III)).



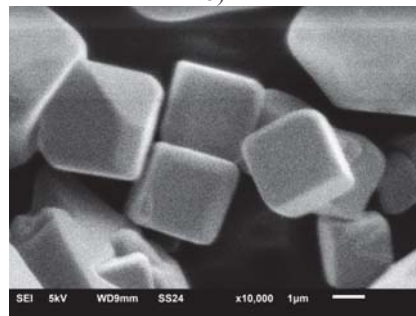
а)



б)



в)



г)

Рис. 1. Форма кристаллов оксида железа (III): после термического разложения ион-ной жидкости при 700°C (а,б), 900°C (в); после термического разложения хлорида железа (III) при 700°C (д);

1. Я.С. Выгодский, Е.И. Лозинская, А.С. Шапов. Российский химический журнал, 2004, Т. XLVIII, №6, 40-50.
2. Gordon C. Appl. Catal, 2001, 222, 101-107.

Получение и стабильность нанопроволок

Д.Л. Загорский, В.В. Артемов, В.В. Коротков, Д.А. Парфенов, Е.В. Антонов

Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, 119333, Ленинский пр-т, 59

В работе методом электронной микроскопии исследовалась стабильность нанопроволок (НП) полученных методом матричного синетза (гальваническое заполнение металлом пор в полимерной трековой мембране). Отметим, что стабильность таких НП ранее практически не изучалась. СЭМ традиционно является основным методом исследования НП [1,2]. НП в настоящей работе были получены электроосаждением металла (медь, железо, никель и кобальт) в поры матрицы из раствора соответствующей соли. Были изучены (на приборах TESLA BS-340, JEOL, QUANTA и Philips 505) образцы с массивами НП с диаметрами от 60 нм до 1,5 мкм. **Особенности роста** можно проанализировать на основе микрофотографий.

1. В ряде случаев диаметр НП был заметно больше, чем диаметр пор ростовой матрицы. Это можно объяснить тем, что растущий металл сжимает полимер. 2. НП малых диаметров (100 нм и менее) имеют ярко выраженную тенденцию к слипанию – см. например «гривы» на **Рис.1**-слева. Эффект этот проявляется как для НП из магнитных металлов, так и для медных НП. Можно предположить, что соединение, слипание проволок происходит из-за поверхностного натяжения, при их высыхании после промывки.

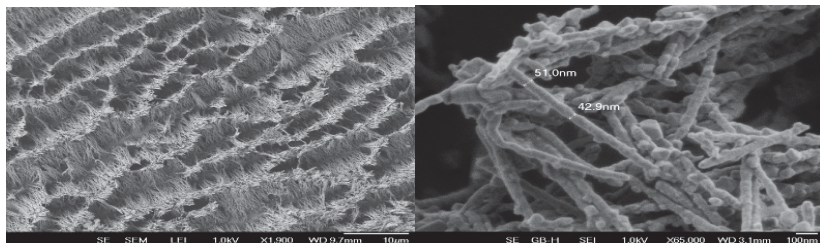


Рис.1. Слева- демонстрация «слипания», справа- неоднородность НП по диаметру.

3. Обнаружен эффект неоднородности НП по диаметру- образование «перетяжек», чередующихся с «расширениями». Эффект проявляется при увеличении ростового напряжения для НП малого диаметра (60-100 нм)- см. **Рис 1**-справа. 4. Для НП больших диаметров (0,7 – 1 мкм) этот эффект не обнаружен. В то же время показано, что для НП этих размеров повышение напряжения роста может приводить к формированию полых НП (см.**Рис.2**).

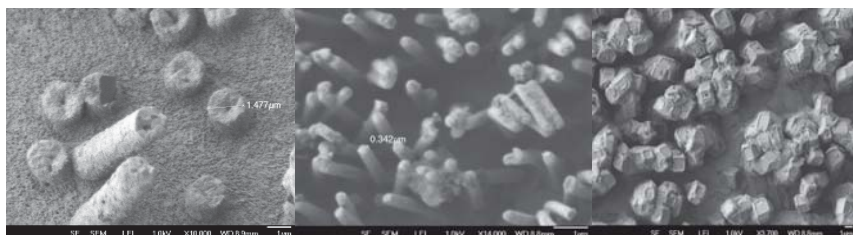


Рис 2. Полые НП-слева., НП после отжига: в середине-0,3 мкм, справа-0,7 мкм.

Таким образом, и для пор малого диаметра, и для пор большого диаметра повышение ростового напряжения ведёт к повышению дефектности НП. **Температурная стабильность.** При нагреве в вакууме или инертной атмосфере все образцы являющиеся термически стойкими в достаточно широком интервале температур. Однако, при приближении к температуре плавления (медные НП, 1000°C) происходит заметная деградация образцов: на Рис.2-середина (НП 0,3 мкм) видны отдельные согнувшиеся и сплавившиеся НП, а на Рис. 2 справа (НП 0,7 мкм) видны НП с оплавившимися концами, принявшими кристаллическую огранку. При нагрева на воздухе (муфельная печь, $t\ 480^{\circ}\text{C}$, время 30 минут) образец темнел и становился хрупким. СЭМ показала изменение формы и НП, и поверхности подложки. Элементный анализ подтвердил наличие кислорода (20 ат.%) и углерода (ат.26%). Это свидетельствует о деградации образца при взаимодействии с атмосферой. Изучение **химической стабильности** НП показало их достаточно высокую стабильность к растворах щелочи и значительно меньшую стойкость в кислотах (3% р-р соляной кислоты при 20°C). Обнаружено, что выдержка в кислоте приводит к уменьшению диаметра, происходит «разъедание» НП.

Работа поддержана грантами РФФИ 13-08-01448 и 15-08-04949. Авторы выражают благодарность Т.И.Муравьевой (ИПМех РАН) за помощь в работе.

Ссылки.

1. C.R.Martin.Nanomaterials–Membrane-BasedApproach.Science266,1994,1961.
2. Chakarvarti S,Vetter J.Template synthesis. Nucl. Instr. Meth. 1991. V. B62. p. 109.

Дифракционные отражающие решетки

А.Р.Закирова¹, З.С.Гибалина¹, К.С.Коренной^{1,2}

¹ Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н.Туполева, г.Казань ул.К.Маркса, 31/7, Россия

² Федеральное государственное унитарное предприятие «Научное производственное объединение «Государственный институт прикладной оптики» г. Казань, ул.Липатова, 2, Россия

Дифракционная решетка является основным оптическим элементом в различных спектральных оптических приборах, таких как монохроматоры и спектрографы, предназначенные для научных исследований и производственных нужд. Дифракционные решетки используются для выделения заданной длины волны или для сканирования в данной спектральной области в различных спектральных оптических приборах.

Таким образом, важно уметь получать информацию о геометрических параметрах решетки (т.е. угол “блеска” и плотность штрихов, определяющие дисперсию, дифракционную эффективность и спектральную область, в которой решетка имеет максимальную дифракционную эффективность). С помощью методов микроскопии и профилометрии: атомно-силовая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, конфокальная лазерная микроскопия и оптическая профилометрия, рассмотрены различные дифракционные решетки, измерены их геометрические параметры: в зависимости от плотности штрихов (микронные, нанометровые) применяются разные методы микроскопии и профилометрии.

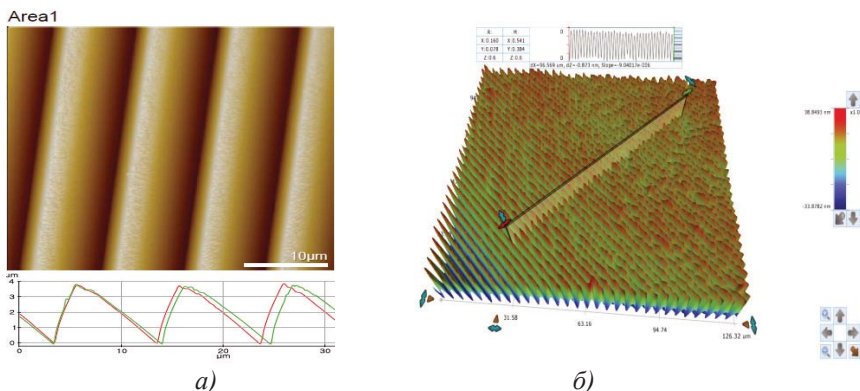


Рис.1. а) Изображения АСМ (Park System) двух области нарезной дифракционной решетки и ее профиля, б) изображение с оптического профилометра (ContourGT).

Метод оптической профилометрии обладает максимальной производительностью, но имеет предел разрешающей способности, в то время как сканирующая туннельная микроскопия имеет высокую разрешающую способность, но малую локальность анализа.

Так же рассмотрены различные дефекты на дифракционных решетках, причина их возникновения и последствия изменения качества решеток.

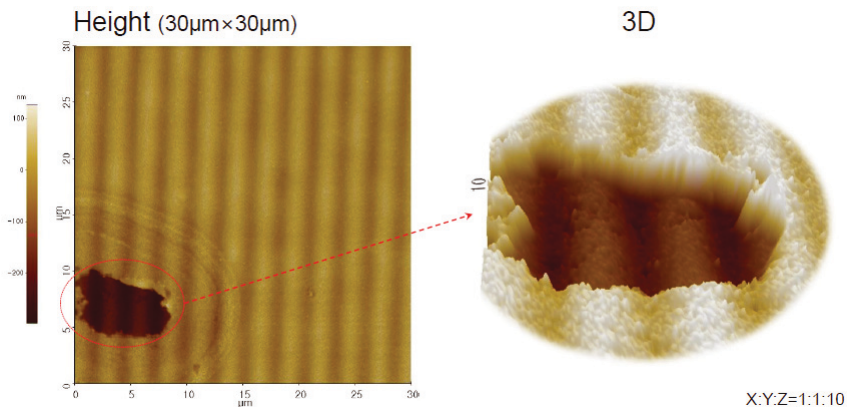


Рис.2. Изображения ACM (Park System) дефекта на голограммной дифракционной решетки и увеличенное 3D изображение дефекта.

При изучении зависимости метода исследования от параметров решетки и проведении сравнительного анализа была разработана методика выбора наиболее оптимального, применимого к широкому спектру дифракционных решеток.

Поверхность решетки требует крайне осторожного обращения. Поскольку покрытие является относительно хрупким, отпечатки пальцев и аэрозоли могут вызвать неустранимые повреждения. Допускаются царапины и другие косметические дефекты, не ухудшающие оптические характеристики.

1. ФГУП «НПО «ГИПО» - Дифракционная оптика
2. Соколова Е.А. Дифракционные решетки нового поколения// Оптический журнал. 2001. - том 68, №8. - С.53 - 60.
3. И.В. Пейсахсон, Современные тенденции в технике спектроскопии, *сборник статей*, Новосибирск, Наука, с.94-125, 1982.
4. Г.П. Старцев, А.В. Савушкин, Оптика и Спектроскопия, т.46, с. 1189-1194, 1979.

Исследование нанокompозитов на основе оксида церия в РЭМ и структурными методами

М.А. Запорожец^{1,2}, А.Ю. Соловьева², А.Я. Шаляпина¹, А.С. Авилов¹,
В.И. Николайчик³, Е.Ю. Буслаева², С.П. Губин²

¹ *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
119333, г. Москва, Ленинский пр-т 59, Россия*

² *Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова,
119991, г. Москва, Ленинский пр-т 31, Россия*

³ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Нанокристаллический диоксид церия является перспективным материалом, находящим широкое применение в высокотехнологических отраслях промышленности. Перспективным является также графен (Г), который, будучи прозрачным и хорошо проводящим материалом, может быть использован для создания прозрачных электродов к оптическим приборам и устройствам. Одним из следствий открытия графена, стал интерес к оксиду графена (ГО), который является прекурсором в процессе синтеза Г из графита и представляет собой дешевый, хорошо промышленно воспроизводимый материал, что позволяет применять его в различных областях. Появление нового типа лигандов (Г и ГО) открыло возможности для модификации свойств наночастиц (НЧ). В связи с этим, представлял интерес получение и исследование свойств нанокompозитов ГО/CeO₂ и Г/CeO₂, сформированных на основе НЧ CeO₂.

Получение нанокompозитов проводили в несколько стадий. Первоначально готовили дисперсию ГО в изопропанол по методу Хамерса [1]. Затем на поверхность полученного ГО осаждали НЧ CeO₂, используя метод синтеза, основанный на синтезе CeO₂ из водных растворов Ce(NO₃)₃ и раствора аммиака. После этого, систему ГО/CeO₂ восстанавливали до Г/CeO₂ в сверхкритическом флюиде (СКФ). В качестве СКФ использовали изопропанол. В работе [2] было показано, что CeO₂ не восстанавливается в СКФ, происходит только укрупнение частиц за счет высокотемпературной обработки.

Для характеристики композитов использовали комплекс структурных и спектральных методов: растровую электронную микроскопию (РЭМ), рентгенофазовый анализ (РФА), просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) и спектры оптического поглощения.

Согласно данным РЭМ, размер графеновых листов, на поверхности которых фиксировались НЧ CeO₂, составлял до 40 мкм.

Анализ картин рентгеновской и электронной дифракции выявил двухфазное состояние композитов: фаз ГО и CeO_2 (кубическая структура флюорита) в композите ГО/ CeO_2 , фаз Г и CeO_2 в композите Г/ CeO_2 .

Методами ПЭМ высокого разрешения установлено, что НЧ CeO_2 в композитах ГО/ CeO_2 и Г/ CeO_2 имеют форму многогранников с четко выраженными гранями. Их кристаллическая структура, по крайней мере, в средней части, не содержит дефектов решетки и является однодоменной. Средний размер НЧ CeO_2 в композите ГО/ CeO_2 находится в узком интервале 2–4 нм, их средний размер 3 нм. После восстановления ГО происходит укрупнение НЧ, вследствие чего размер большинства частиц в композите Г/ CeO_2 находится в интервале 4–5 нм, а средний размер НЧ в композите Г/ CeO_2 равен ≈ 5 нм. Присутствующие в композите Г/ CeO_2 частицы размером ≈ 7 нм составляют около 6% от общего числа.

Согласно данным УФ-видимой спектроскопии, в спектрах поглощения дисперсии композита Г/ CeO_2 наблюдается только полоса поглощения в диапазоне длин волн 280–360 нм характерная для CeO_2 .

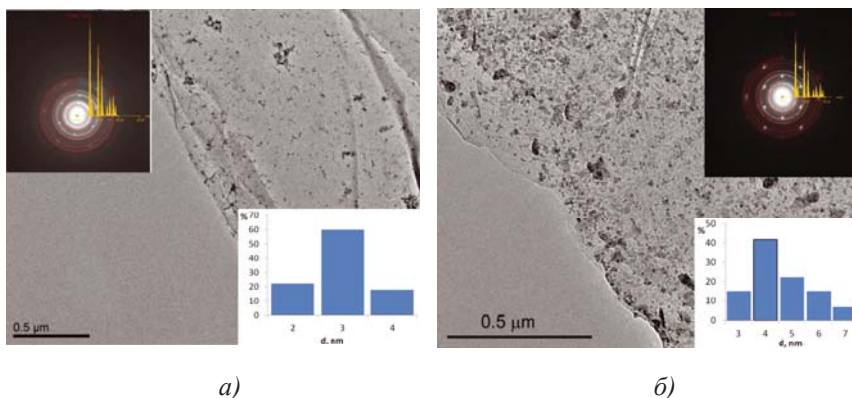


Рис. Электронно-микроскопические изображения, картины электронной дифракции (вкладки сверху) и гистограммы распределения по размерам (вкладки снизу) НЧ CeO_2 в композитах: а - ГО/ CeO_2 ; б - Г/ CeO_2 .

1. L. Tian, X. Wang, L. Cao, M. J. Meziani, C.Y. Kong, F. Lu, Y. Sun. Journal of nanomaterials - Special issue on Graphene, 2010, 742167.
2. Ю.Ф. Каргин, Е.Ю. Буслаева, К.Г. Кравчук, А.В. Егорышева, С.П. Губин. Журнал неорганической химии, 2003, 48, 111-114.

Исследование зависимости морфологических и структурных свойств пленок ZnO:Al от условий получения золь-гель осаждением

Е.П. Зарецкая¹, В.Ф. Гременок¹, А.Н. Петлицкий², С.В. Шведов²,
В.В. Цыбульский², Д.Е. Ёщик², А.В. Семченко³, А.М. Кечиянц⁴.

¹ Государственное научно-производственное объединение «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению»,
220072, г. Минск, ул. П. Бровки, 19, Республика Беларусь

² НТЦ «Белмикросистемы» УП «Завод полупроводниковых приборов» НПО
«Интеграл», 220108 г. Минск, ул. Корженевского 12, Республика Беларусь

³ Гомельский государственный университет им. Ф.Скорины,
246699, г. Гомель, ул. Советская 104, Республика Беларусь

⁴ Институт Радиофизики и Электроники НАН Армении,
0203, г. Аштарак, ул. Братьев Алиханян 1, Армения

ZnO- прямозонный полупроводник ($E_g = 3.3$ эВ) с уникальным сочетанием оптических и электрических свойств является многофункциональным материалом, широко применяемым в ряде оптоэлектронных устройств. Тонкие пленки ZnO успешно используются в коротковолновых диодных излучателях [1,2], а также в качестве прозрачного проводящего контакта и широкозонного окна в солнечных элементах на основе полупроводниковых соединений Cu(In,Ga)Se₂ [3].

В данном исследовании пленки ZnO:Al были получены на подложках стекла и монокристаллического кремния методом золь-гель осаждения из ацетата цинка $Zn(O_2CCH_3)_2$ и нитрата алюминия $Al(NO_3)_3$ в растворах изопропилового спирта, диметилформамида либо 2-метоксиэтанола. Подробно методика их получения представлена в работе [4]. Исследования фазового состава, микроструктурных характеристик плёнок, их элементного состава выполнены методами рентгеновского фазового анализа, сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и Оже-электронной спектроскопии.

Установлено, что ZnO:Al покрытия, полученные во всех реагентах, являются поликристаллическими, однофазными и имеют гексагональную структуру вюрцита. Наиболее выраженную текстуру в направлении [001] имеют слои, осажденные в растворе изопропилового спирта. АСМ – изображения покрытий, полученных во всех типах реагентов, показывают, что они являются сплошными, без видимых пор и проколов и сформированы пирамидальными кристаллитами с одинаковым направлением роста, перпендикулярном подложке. Наименьшей шероховатостью поверхности характеризуются ZnO:Al – слои, полученные с применением в качестве рас-

творителя изопропилового спирта (шероховатость 4.3 нм, средний размер зерна 19.3 нм). Использование метоксиэтанола и демитилформамида в качестве растворителей не оказывает существенного влияния на топографию поверхности ZnO:Al – покрытий, но более “гладкими” являются слои полученные в растворе демитилформамида (шероховатость 6.5 нм).

Проведение рекристаллизации ZnO:Al слоев, полученных в растворе изопропилового спирта и моноэталамина (HO-CH₂CH₂-NH₂), в температурном интервале от 350 до 600 °С выявляет улучшение структуры с повышением температуры отжига. С увеличением температуры отжига от 350°C до 500°C полуширина (FWHM) рефлекса (002) уменьшается от 0,4 до 0,16, а фактор преимущественной ориентации $I_{[001]}$ этих слоев в направлении [001] возрастает от 0.49 до 1.37, что указывает на формирование слоя ZnO:Al с текстурой вдоль оси *c* гексагональной структуры. При повышении температуры отжига до 600°C наблюдается обратная тенденция - фактор преимущественной ориентации в направлении [001] снижается до 1.23. Наилучшей кристаллической структурой обладают образцы, отожженные при температурах 500°C - 550°C. Параметры решетки этих ZnO:Al слоев (в пределах погрешности измерений) незначительно меньше номинально чистого оксида цинка. Наблюдаемое уменьшение параметров решетки легированных ZnO:Al слоев объясняется увеличением концентрации алюминия при увеличении температуры отжига с доминирующим механизмом статистического замещения $Al^{3+} \rightarrow Zn^{2+}$. Исследование элементного состава ZnO:Al плёнок показало, что содержание алюминия в этих слоях составляло примерно 0.4 %.

Из приведенных данных следует, что наиболее целесообразным температурным режимом отжига является интервал от 450 до 500°C, что значительно ниже приводимых в литературе значений 500-800°C.

1. S. Calnan, A. Tiwari. Thin Solid Films, **518**, 1839 (2010).
2. P. Görrn, T. Rabe, T. Riedl, W. Kowalsky, F. Galbrecht, U. Scherf. Appl. Phys. Lett., **89**, 161113 (2006).
3. C.H. Ahn, H. Kim, H.K. Cho. Thin Solid Films, **519**, 747 (2010).
4. Е.П. Зарецкая, А.А. Семченко, В.В. Сидский, Д. А. Сильванович. Международная конференция «Актуальные проблемы физики твердого тела», 2013, Т.2, стр. 267, (15-18 октября 2013 г., Минск, Беларусь)

Изучение термической стабильности поверхности кристалла CdTe методами микроскопии и электронографии *in situ*

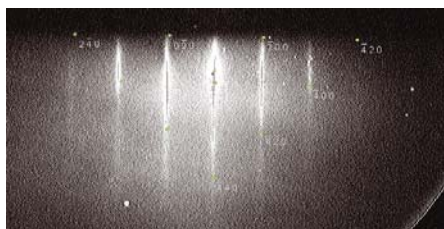
М.П. Зыкова, В.И. Михайлов, А.Э. Муслимов, А.В. Буташин,
В.М. Каневский

Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова, г. Москва, Россия

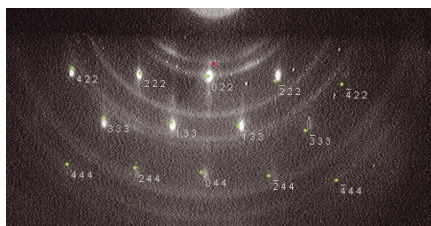
Кристаллы теллурида кадмия CdTe (стр. тип *сфалерит*, пр. гр. $F\bar{4}3m$, $a=0,64827$ нм) применяются в качестве подложек при нанесении эпитаксиальных слоев CdHgTe для ИК-детекторов и для изготовления чувствительных элементов детекторов рентгеновского и γ -излучения; являются перспективным материалом для фотоники. Однако имеющиеся данные о диаграмме состояния системы Cd-Te противоречивы [1,2], что тормозит доработку методик выращивания объемных кристаллов из расплава.

В работе было проведено исследование поведения поверхности скола (011) CdTe при высоких температурах (до 775K) в вакууме. Эксперименты проводили на лабораторной установке молекулярно-лучевой эпитаксии, в ростовую камеру которой встроены дифрактометр быстрых электронов (ДБЭ) - для определения кристаллической структуры и фазового состава верхних слоёв образца, и масс-спектрометр - для определения десорбированных с поверхности образца молекулярных потоков.

Первоначальный прогрев до 500K позволил очистить поверхность и получить отчетливую картину ДБЭ (рис. 1а), соответствующую дифракции от поверхности с атомно-гладкими участками (рис. 2а). Дифрактограмма однозначно индицируется в структурном типе сфалерита с табличным параметром. Дальнейшее увеличение температуры подложки приводило к перестройке поверхности с образованием дополнительных линий, которую фиксировали при помощи ДБЭ в виде новых дифракционных колец, не совпадающих с положением рефлексов от объема кристалла (рис. 1б). Такая картина может свидетельствовать об образовании на поверхности кристалла новых фаз с отличной от CdTe стехиометрией за счет инконгруэнтного испарения компонентов (Te и Cd) с поверхности скола (011). Интенсивное испарение Cd и Te, которое было зафиксировано масс-спектрометрией при температурах выше 500K, приводит к заметному изменению рельефа поверхности образца CdTe (рис. 2б).

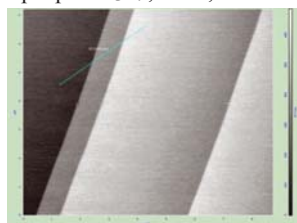


a)

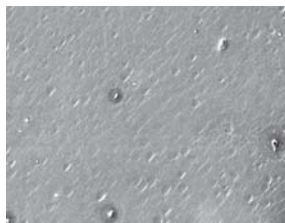


б)

Рис. 1. ДБЭ (011) скола кристалла CdTe при $T = 500$ К (а) и 775К (б). Индцирование в рамках пр. гр. $F\bar{4}3m$, $a = 0,64827$.



a)



б)

Рис. 2. АСМ-изображение поверхности свежего (110) скола кристалла CdTe (а), и изображение той же поверхности после нагревания до 775К в вакууме (б)

В докладе обсуждаются особенности десорбции компонентов с поверхности кристалла в том числе и в зависимости от ее ориентации, а также возможные варианты рекристаллизации поверхности CdTe при высоких температурах в вакууме. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН "Структурная диагностика материалов" при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005) и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий».

1. *Greenberg J.H., Guskov V.N., Lazarev V.B., Shebershneva O.V.* Vapor pressure scanning of non-stoichiometry in cadmium telluride // *Mater. Res. Bull.* 1992. V. 27 pp. 847-854.
2. *I. Kh. Avetisov, Yu. M. Ivanov, and A. V. Zorin*, *Poverkhnost*, No. 10, 82 (2001).

Влияние химии поверхности частиц нанокремния на их люминесцентные свойства: спектральное исследование

П.В. Иванников¹, А.В. Кузьменков¹, А.И. Габельченко², Л.А. Асланов²,
В.Н. Захаров², В.М. Сениявин²

¹ *ДжиЭй групп, г. Москва*

² *Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, г. Москва*

В настоящей работе методами инфракрасной и катодолюминесцентной спектроскопии исследовалось влияние химии поверхности частиц нанокремния, полученных в диглиме и стабилизированных водородом, на их люминесцентные свойства.

Нанокремний синтезировался химическим методом. В сосуд Шлёнка помещали магнитную мешалку, снабжали обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой на выходе и пропускали аргон. К смеси 30 мл диглима и 0,670 г LiAlH_4 (~ 0,008 моль с 10% избытком) нагретой до 100°C добавляли 2,0 мл SiBr_4 . Время реакции при 100°C составило 1,5 часа. После отгонки растворителя образовалось желтое масло кристаллов нанокремния, стабилизированное атомами водорода. Через три недели масло превратилось в гель желтого цвета. Образец 1-1. В молибденовую лодочку помещали 0,5 г образца и нагревали ее примерно до 150°C в вакуумной камере фирмы Edwards с помощью электрического тока при давлении 5×10^{-2} мм ртутного столба. Образцы 1-2, 1-3, 1-4, 1-5 готовились аналогичным способом при том же значении вакуума с соответствующим нагревом до 300, 450, 600 и 900°C.

Исследования проводилось в растровом электронном микроскопе (РЭМ) «STEREOSCAN MK IIА» оборудованном аналитической приставкой GA-Group CCL3i в режимах цветной катодолюминесценции в реальных цветах (ЦКЛ) и цветной катодолюминесценции высокого спектрального разрешения (ЦКЛВСР). ИК-спектры образцов регистрировали на ИК-Фурье спектрометре Tensor 27 (Bruker) с разрешением 1 см^{-1} при усреднении сигнала по 32 сканам.

Основной целью исследований являлось изучение изменения спектральных характеристик КЛ и ИК спектров поглощения образцов нанокремния в процессе отжига в вакууме.

Образец 1-1 обладал слабой катодолюминесценцией (КЛ) с тремя максимумами в районе 470, 535 и 630 нм (рис.1). Образец 1-2 в результате прокаливания потерял практически весь растворитель, а силанольные группы остались только одного вида, скорее всего внешнего. Это изменение соста-

ва образца повлекло резкое увеличение интенсивностей всех трех линий спектра КЛ. По-видимому, в образце 1-1 на поверхности нанокристаллов кремния имелись оборванные связи кремния, через которые энергия экситона терялась по безызлучательному каналу, а удаление растворителя и перестройка гидроксидных групп на поверхности нанокристаллов кремния привели к блокировке оборванных связей, что вызвало рост интенсивности КЛ. Уменьшение интенсивностей КЛ образцов с 1-3 по 1-5 свидетельствует об увеличении числа оборванных связей на поверхности нанокристаллов кремния с ростом температуры прокаливания в вакууме.

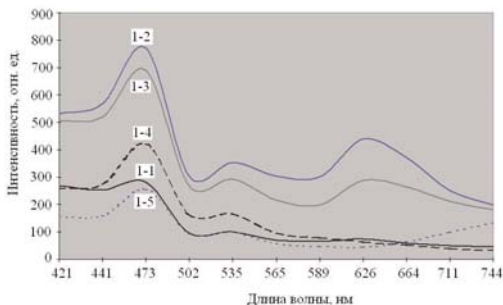


Рис. 1. Спектральные характеристики КЛ при нагреве образцов в диапазоне 150–900°C. Номера образцов указаны на рисунке.

Образец 1-5(нагретый в вакууме до 900°C) демонстрирует рост интенсивности КЛ в длинноволновой области, в отличие от всех других образцов. К сожалению, ограниченный набор светофильтров не позволил исследовать спектр КЛ в более широком интервале, но можно полагать, что при температурах прокаливания образцов выше 900°C спектр КЛ станет похожим на спектр КЛ нанокристаллов кремния в матрице SiO₂.

Впервые исследована катодolumинесценция нанокремния, стабилизированного водородными лигандами. Показано, что при нагревании интенсивность трех линий спектра КЛ с максимумами в районе 470, 535 и 630 нм сначала растет, а затем плавно уменьшается. При нагреве образца до 900°C интенсивность линий спектра КЛ при 470 и 535 нм существенно снижается, линия с максимумом при 630 нм практически исчезает, но одновременно начинает заметно возрастать свечение в инфракрасной области спектра. Подобный характер поведения интенсивности КЛ с ростом температуры образца связан, на наш взгляд, с изменением количества оборванных связей на поверхности частиц нанокремния.

Цветная катодолюминесценция нанокремния, стабилизированного этильными радикалами.

П.В. Иванников¹, А.В. Кузьменков¹, А.И. Габельченко², Л.А. Асланов²,
В.Н. Захаров²

¹ *ДжиЭй групп, г. Москва*

² *Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, г. Москва*

Люминесценция нанокремния представляет большой интерес для нанофотоники и оптоэлектроники.

Исследования образцов проводилось в растровом электронном микроскопе (РЭМ) «STEREOSCAN МК IIА» оборудованном аналитической приставкой GA-Group CCL3i в режимах цветной катодолюминесценции в реальных цветах (ЦКЛ) и цветной катодолюминесценции высокого спектрального разрешения (ЦКЛВСП).

Нанокремний синтезировался химическими методами [1]. Образцы были стабилизированы этилами и отличались условиями синтеза.

Основной целью исследований являлось изучение спектральных характеристик КЛ и стойкости образцов к облучению электронами различных энергий. На образце формировались участки с различной дозой облучения путем варьирования времени, тока пучка и размера раstra. Из-за принципиальной сложности измерения абсолютной величины дозы облучения использовались относительные измерения. Облученный образец далее исследовался при малых токах пучка в режимах ЦКЛ и ЦКЛВСП. Так как время получения набора ЦКЛ и ЦКЛВСП изображений много меньше времени экспозиции при облучении, то влияние облучения в процессе исследования на получаемый результат удалось сделать пренебрежимо малым.

Исследуемые образцы нанокремния имели достаточно интенсивную КЛ в видимом диапазоне спектра.

Выявлено, что при начальном облучении люминесценция заметно усиливается, а при дальнейшем облучении пропадает. Одним из возможных объяснений данной зависимости может быть связано с изменением поверхностных состояний нанокремния, отвечающих за КЛ. При начальной малой дозе облучения электронами количество активных поверхностных состояний – центров люминесценции – растет из-за очистки поверхности от летучих примесей. Далее, с увеличением дозы облучения выше определенного порога происходит сильное уменьшение интенсивности КЛ. Это может быть обусловлено тем, что при большой дозе облучения электронами, возможно, происходит разрыв связей кремний-лиганд и образование поверхностных дефектов (оборванных связей), которые и гасят КЛ.

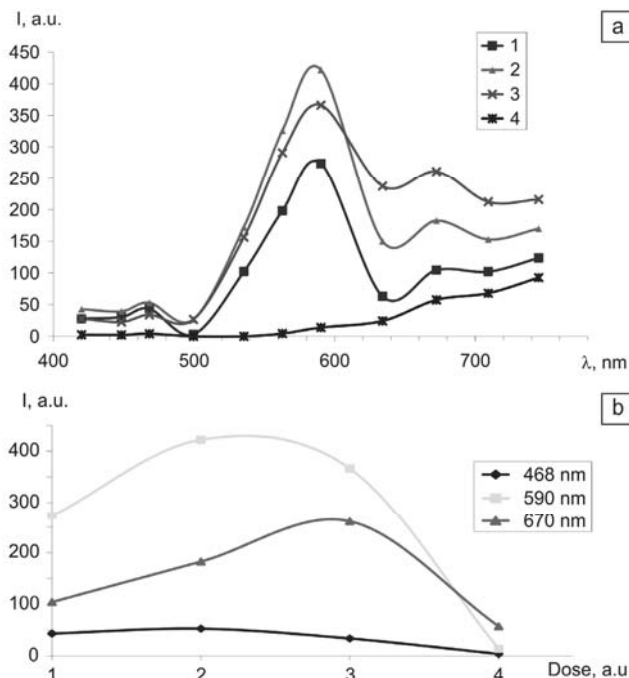


Рис. 1. Зависимость КЛ пс-Si от дозы облучения электронным пучком с энергией 18 кэВ. пс-Si стабилизированы этилами (образец 1): а – оценочные спектры КЛ для разных доз облучения, б – изменение интенсивности КЛ в зависимости от дозы облучения.

В результате сравнения полученных спектров со спектром КЛ эталонной ионной жидкости выяснилось, что линия в районе 670 нм связана с остатками ионной жидкости.

В результате проведенных исследований ЦКЛ нанокремния, стабилизированного органическими лигандами, обнаружен эффект зависимости интенсивности и спектрального состава катодолуминесценции от дозы облучения электронами с энергией 9 – 18 кэВ. Для исследованных образцов при малых дозах облучения наблюдается увеличение интенсивности линий КЛ, связанных с нанокремнием, и существенное уменьшение соответствующих интенсивностей КЛ при больших дозах облучения.

1. Orekhov A.S., Savilov S.V., Zakharov V.N., Yatsenko A.V., Aslanov L.A. J.Nanopart. Res. - 2014. - V.16. - UNSP 2190.

Структурные и электрофизические свойства тонких пленок $Pb_xSn_{1-x}Te$ полученных методом «горячей стенки»

В.А. Иванов¹, В.Ф. Гременок¹, Р.Л. Юшкенас², А.П. Мекис³, В.В. Румбаускас³

¹ Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, 220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь

² Государственный научно исследовательский институт «Центр по физическим и технологическим наукам», А. Гоштаута 9, ЛТ-01108, Вильнюс, Литва

³ Институт прикладных исследований при Вильнюском Университете, Саулетекио 9-III, ЛТ-10222 Вильнюс, Литва

Полупроводниковые соединения $SnTe$ и $PbTe$ являются материалами с хорошими термоэлектрическими свойствами, а также интересны как потенциальные материалы для длинноволновых инфракрасных детекторов. Ширина запрещенной зоны этих материалов изменяется от $E_g = 0.18$ эВ для $SnTe$ до $E_g = 0.32$ эВ для $PbTe$. Эти соединения кристаллизуются в кубической решетке типа $NaCl$. $PbTe$ кристаллизуется в составе, близком к стехиометрическому, а $SnTe$ всегда кристаллизуется с большой концентрацией вакансий в металлической подрешетке. Вакансии металла в кристаллической решетке образуют в запрещенной зоне этого полупроводникового соединения акцепторные энергетические уровни и оно имеет p -тип проводимости. Изменение состава этого соединения приводит к изменению всех свойств. Поэтому исследование свойств системы $PbSn-SnTe$, полученной в виде тонких пленок представляет большой интерес как для термоэлектрического так и для фотоэлектрического применения.

В данной работе проведено исследование электрофизических свойств тонких пленок $Pb_xSn_{1-x}Te$ ($0.2 < x < 0.9$), полученных на стеклянных подложках Corning 7059 термическим вакуумным испарением методом «горячей стенки» предварительно синтезированного сплава соответствующего состава. Рентгенофазовый анализ пленок проводился на дифрактометре Siemens D-5000 с использованием CuK_α -излучения. Элементный состав определен на сканирующем электронном микроскопе Stereoscan-360 с рентгеновским спектрометром AN 10000. Морфология поверхности и поперечных сколов пленок исследовалась на электронном микроскопе Hitachi S-806.

Полученные поликристаллические пленки толщиной $1.0 - 3.0$ мкм были однофазными с кубической структурой. Микроструктура пленок имеет вид плотноупакованных столбчатых кристаллитов с направлением роста перпендикулярно подложке. Размеры в поперечнике кристаллитов находятся в интервале $0.1-1.3$ мкм в зависимости от элементного состава и режимов

получения пленок. При увеличении температуры подложки в интервале 200 – 350° С средняя шероховатость поверхности пленок увеличивается от 10 до 40 нм. Все пленки имели избыток атомов теллура.

В результате электрических измерений установлено, что исследованные пленки $Pb_xSn_{1-x}Te$ являются невырожденными полупроводниками *p*-типа проводимости. Увеличение концентрации атомов свинца приводит к уменьшению электропроводности и увеличению коэффициента термоэдс (коэффициента Зеебека). При комнатной температуре значения электропроводности и коэффициента Зеебека составляли $\sigma = 3 \cdot 10^4 - 1 \cdot 10^1 \text{ ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ и $\alpha = 20 - 400 \text{ мкВ/К}$ соответственно. В температурном интервале $\Delta T = 100 - 190 \text{ К}$ для пленок всех составов наблюдалась независимость электропроводности от температуры, что характерно для кристаллов халькогенидов свинца. В результате исследования подвижностей носителей заряда в пленках установлено, что при увеличении концентрации атомов свинца подвижность носителей заряда сначала увеличивается, а далее уменьшается. Для исследованных составов пленок с различными концентрациями атомов свинца величина подвижности имеет значения $\mu = 210 - 56 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{сек.}$ для пленок с концентрациями атомов свинца $N_{Pb} = 9.7 - 32.9 \text{ ат.}\%$ соответственно. Максимальные значения подвижностей $\mu = 360 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{сек.}$ имеют составы с приблизительно равными концентрациями атомов свинца и олова. Также наблюдается тенденция роста величины подвижности носителей заряда в пленках с увеличением концентрации атомов теллура.

Полученные в результате проведенных исследований результаты могут быть использованы в технологии создания тонкопленочных ветвей термоэлектрических преобразователей и инфракрасных фотодетекторов.

Растровая электронная микроскопия фигур селективного травления монокристаллов оптического германия

А.И. Иванова, Б.Б. Педько, Е.И. Каплунова, Р.М. Гречишкин

Тверской государственный университет г.Тверь, ул.Желябова, 33. Россия

Метод избирательного (селективного) травления включает в себя воздействие на образец посредством его погружения в подходящую среду, например, жидкий раствор, расплав, или газообразный химический реагент [1], а также с помощью термической обработки в вакууме или газовой среде. Преимущественно опытным путём подбираются подходящие травители, приводящие к появлению огранённых ямок травления в местах выхода дислокаций на поверхность образца. Благодаря эффективности и относительной простоте метод избирательного травления включён в соответствующие стандарты США и России для оценки качества массивных монокристаллов германия по картинам травления кристаллографических поверхностей (100), (110) и (111).

Наблюдение образующихся фигур травления методами оптической микроскопии даёт информацию о плотности дислокаций, их распределении по образцу, положении двойниковых границ. В ряде случаев по форме ямок травления или соответственно путём установления индексов граней, образующих ямки травления, удаётся получить сведения о кристаллографической ориентации изучаемой поверхности образца. Следует, впрочем, отметить, что выполнение последней задачи с помощью оптического микроскопа связано с преодолением ряда трудностей и ограничений, свойственных оптическим методам, к числу которых относятся малая глубина резкости изображений, ограниченный диапазон увеличений, трудность проведения угловых наблюдений. Усложнились также задачи анализа субмикронной структуры дефектов тонкоплёночных образцов, толщина которых меньше или сравнима с линейными размерами ямок травления при стандартной подготовке образцов (10...50 мкм).

Настоящая работа посвящена экспериментальному изучению возможностей использования РЭМ для наблюдения фигур селективного травления оптических кристаллов. Исследования проводились на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6610 LV в режиме вторичных и обратно-рассеянных электронов с ускоряющим напряжением 25 кВ.

Опыты показали, что при использовании РЭМ легко преодолевается дифракционный оптический предел разрешающей способности (~0.5 мкм)

оптического микроскопа, что резко облегчает задачи исследования слитных изображений ямок травления образцов с большой плотностью дислокаций (рис. 1а). Большой диапазон увеличений РЭМ открывает возможность детального исследования формы и размеров отдельных ямок травления (рис. 1б). Для этих целей особенно важна возможность трёхкоординатного управления угловой ориентацией предметного столика РЭМ, что обеспечивает возможность детальных гониометрических измерений кристаллографических параметров образцов.

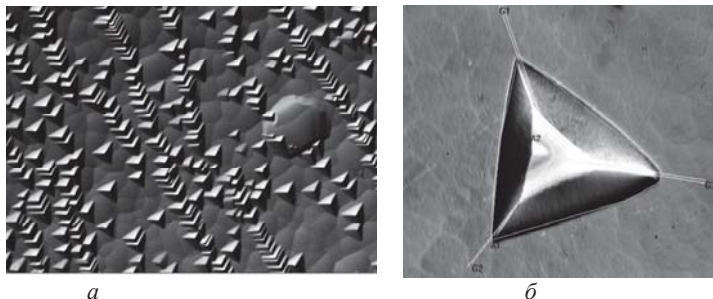


Рис. 1. РЭМ изображения типичной структуры ямок травления на плоскости $\{111\}$ монокристалла Ge (а), отдельной ямки травления (б)

Большая глубина резкости РЭМ позволяет наблюдать дислокационные структуры на ювенильных профилированных поверхностях образцов, не подвергавшихся деструктивному действию абразивной обработки (рис. 2).

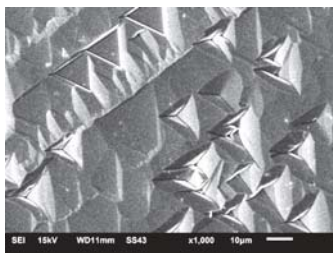


Рис.2. РЭМ изображение ямок травления на ювенильной поверхности монокристалла Ge

В заключение отметим, что при использовании РЭМ становится возможным наблюдение ямок травления микронных и субмикронных размеров, которые могут быть созданы на тонкоплёночных образцах с помощью специальных травителей с малыми скоростями растворения.

1. C. Claeys, E. Simoen. Extended Defects in Germanium. Fundamental and Technological Aspects. Springer, 2009. 293 с.

Электронно-микроскопическое исследование политермического разреза диаграммы состояния Co-Al-W

Казанцева Н.В.^{1,2}, Демаков С.Л.², Юровских А.С.², Степанова Н.Н.^{1,2},
Виноградова Н.И.¹, Давыдов Д.И.¹

¹ ИФМ УрО РАН, 620137 Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, Россия

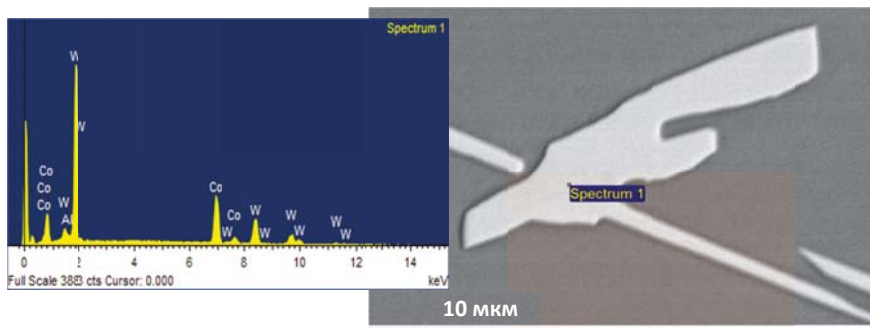
² Уральский федеральный университет им. первого Президента России
Б.Н.Ельцина, 620002 г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, Россия

Построение фазовых диаграмм состояния является важной частью исследовательской работы, необходимой для разработки новых материалов. Система Co-Al-W многофазна и содержит как твердые растворы на основе кобальта, алюминия и вольфрама, так и многочисленные интерметаллические соединения. Но границы областей гомогенности для этих фаз определены только в высокотемпературной области (900°C и выше [1]). Экспериментальные исследования низкотемпературных фазовых переходов проведены для отдельных химических составов (например, для сплава Co-19 ат. %Al-6 ат. %W [2]). Также есть экспериментально построенный политермический разрез от 900°C и выше в области существования интерметаллида Co₃(Al, W [3]). Этот интерметаллид, сравнительно недавно экспериментально обнаружен в данной системе и представляет большой научно-практический интерес. Сплавы на основе интерметаллида Co₃(Al, W) рассматриваются как перспективные жаропрочные материалы, прочностные свойства которых не уступают никелевым сплавам. При этом, для разработки нового класса жаропрочных сплавов, подвергающихся при эксплуатации циклическим температурным воздействиям, необходима информация также и о низкотемпературных фазовых переходах.

В докладе представлено экспериментальное исследование низкотемпературной части политермического разреза диаграммы Co-Al-W в области существования интерметаллида Co₃(Al,W) электронно-микроскопическими методами и высоко-температурным рентгено-структурным анализом. Для исследования выбраны 6 сплавов Co - 9 ат.%Al - X ат.%W (X = 5, 7, 8, 9, 10, 12), полученные методом направленной кристаллизации. Определены низкотемпературные фазовые переходы в области исследованных составов сплавов и химический состав фаз (**Рис.1**). Обнаружено, что размер и морфология частиц интерметаллида Co₃(Al,W) зависит от содержания вольфрама в сплаве (**Рис.2**).

Работа выполнена при поддержке проекта Программы Президиума УрО РАН № 15-17-2-11.

1. J. Sato, T. Omori, K. Oikawa, I. Ohnuma, R. Kainuma, K. Ishida. Science, (2006), N 7, 312.90-91.
2. Н.В.Казанцева, Демаков С.Л., Рыжков, Степанова Н.Н., Ригмант М.Б., Шишкин Д., Давыдов Д.И., Романов Е.П. ФММ, 2015, 116, № 6 (принято в печать).
3. G. Dmitrieva, V. Vasilenko, I. Melnik. Chem. Met. Alloys, (2008), N 1, 338-342.



элемент	мас.%	ат.%
Al K	0.57	2.40
Co K	27.95	53.64
W M	71.47	43.96

Рис.1. Микроструктура и химический состав μ -фазы (Co_7W_6) в сплаве Co-9 ат. %Al-12ат. %W, СЭМ

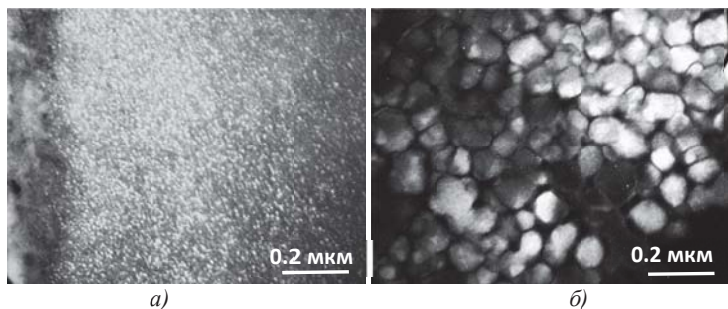


Рис. 2. Темнопольное изображение частиц $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ в сплавах Co- 9 ат.%Al – X ат. %W, ПЭМ: а-2 ат.%W; б- 12 ат.%W

Влияние магнитоимпульсной обработки на локальные магнитные характеристики иттриевых ферритов-гранатов

Т.П. Каминская¹, В.В. Коровушкин², В.В. Попов¹, М.А. Степович^{3,4},
М.Н. Шипко^{4,5}

¹ ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова», 119991, ГСП-1, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, строение 2, физический факультет, Россия

² ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, Россия

³ ФГБОУ ВПО «Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского», 248023, г. Калуга, ул. Ст. Разина, д. 26, Россия

⁴ Ивановский филиал ФГБОУ ВПО «Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова», 153000, г. Иваново, ул. Дзержинского, д. 53, Россия

⁵ ФГБОУ ВПО «Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина», 153003, г. Иваново, ул. Рабфаковская, д. 34, Россия

В настоящей работе методы сканирующей зондовой микроскопии, мессбауэровской спектроскопии, рентгеноструктурного анализа и оптической микроскопии использованы для изучения локальных характеристик иттриевых феррит-гранатов $Y_3Fe_5O_{12}$ и сопоставления результатов локальных исследований с данными измерений интегральных характеристик этих материалов.

Интерес к феррит-гранату иттрия обусловлен тем, что он является весьма удобным объектом для изучения процессов реконструкции структуры и физических свойств кристаллических тел под влиянием электромагнитных воздействий. Более того, его широкое использование в СВЧ, в элементах магнитной памяти требуют новых подходов к изучению процессов вариаций спиновой плотности, обусловленных косвенным обменным взаимодействием из-за инициирования новых структурных состояний его кристаллической решетки. Одним из нетермальных способов инициирования таких состояний является использование импульсных магнитных полей. Импульсные воздействия могут изменить состояние дефектов кристаллической решетки и стимулировать их упорядочение. Несмотря на то, что механизм таких превращений неоднозначен, многие авторы отмечают возможность существенного изменения электромагнитных и других физических свойств магнитных полупроводников и диэлектриков после магнитоимпульсных воздействий.

В настоящей работе исследовано влияние обработки ферритов-гранатов иттрия импульсами прямоугольной формы длительностью 0,1-0,2 с с напряженностью магнитного поля 30-40 кА/м.

Измерения интегральных характеристик показали, что изменение магнитных параметров (коэрцитивной силы, остаточной намагниченности и намагниченности насыщения) носит немонотонный характер и все кривые этих зависимостей имеют два локальных максимума: при 10 и при 40 импульсах магнитного поля. Наиболее заметные изменения этих параметров наблюдаются после обработки 40 импульсами: намагниченность насыщения увеличивается с 26,6 (до обработки) до 28,5 (после обработки 40 импульсами) Ам²/кг, коэрцитивная сила – с 1,3 до 2,1 кА/м, остаточная намагниченность – с 1,03 до 1,68 Ам²/кг.

Измерения локальных характеристик материалов до и после магнитоимпульсной обработки показали, что наиболее сильно обработка влияет на спектры ядерного гамма-резонанса: вышеуказанные изменения магнитных параметров сопровождаются заметным повышением вероятности эффекта Мессбауэра и изменением заселенности окта- и тетраэдрических позиций ионами Fe³⁺.

В целом полученные данные указывают на изменение дефектной структуры иттриевого граната и преимущественной локализации катионных вакансий в тетраэдрических позициях его кристаллической решетки после магнитоимпульсной обработки. Рассмотрен механизм наблюдаемого перераспределения дефектов в объемно центрированной кубической решетке Y₃Fe₅O₁₂ под влиянием импульсов магнитного поля.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания (проект № 1416).

Возможности методов дифракции обратно отраженных электронов для исследования микроструктуры ферритно-перлитных сталей

М.М. Кантор, К.Г. Воркачев

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Россия.

Современные растровые электронные микроскопы создают возможность изучения характеристик микроструктуры поликристаллических материалов на субмикронном уровне с одновременным измерением кристаллографических особенностей микроструктуры методом дифракции обратно отраженных электронов.

В предлагаемом докладе сообщается о результатах таких исследований, выполненных на двухлучевой системе CrossBeam 1540 EsB производства Carl Zeiss. Объектами для исследования послужили стали с ферритно-перлитной микроструктурой.

Для характеристики сталей использовали различные методы формирования изображения: во вторичных электронах, во вторичных электронах порожденных ионами, во вперед отраженных электронах. Показано, что наилучший контраст при исследовании субструктуры перлита наблюдается во вторичных электронах порожденных ионами. Достоинством изображений во вперед отраженных электронах является возможность однозначного определения составляющих микроструктуры не только на основании ориентационного контраста, но и с использованием топографического контраста.

Программное обеспечение современных систем ДООЭ дает возможность проводить анализ многофазных систем построением карт ориентаций кристаллитов методом ДООЭ. В этом случае признаками, по которым происходит компьютерное распознавание фаз, составляющих микроструктуру, являются различия их кристаллической структуры [1,2]. Необходимое условие реализации такого анализа состоит в возможности получения высококачественных дифракционных картин Кикучи от всех фаз, составляющих микроструктуру. Если какая-либо фаза вносит в дифракционную картину только трудноотличимые от фона полосы Кикучи, нераспознаваемые при автоматическом анализе изображений (или вообще их не вносит), или если алгоритм анализа изображений не способен с требуемой точностью измерять углы между полосами Кикучи, анализ многофазных микроструктур построением ориентационных карт оказывается недостоверным. С точки зрения выполнения этих условий перлит, который в равновесном состоянии содержит 88% феррита и только 12% цементита, является неудобным

объектом для ориентационной микроскопии изображений. Тем более что в пластинчатом перлите толщина пластин цементита находится в пределах от нескольких десятков до двух-трех сотен нанометров, что требует для формирования их изображений высокого пространственного разрешения.

В связи с этим были изучены возможности характеристик двухфазных систем с использованием карт качества изображений картин Кикучи (Image Quality) и методов анализа деформаций кристаллической решетки, основанных на локальных разориентациях. Обсуждаются достоинства и недостатки обоих методов. Методом локальных разориентаций показано существование в перлитном феррите субструктуры, состоящей из сетки малоугловых границ с разориентацией меньше 2° . В местах поворота ферритной матрицы имеют место нарушения расстановки цементитных пластин.

1. *D.P. Field.* Recent advances in the application of orientation imaging. Ultramicroscopy, 1997, 67, 1-9.
2. *Shwartzner R.A., Singh A.K., Sukkai.* Materials Science and technology, 2000, 16, 1389-1392.

Исследование процессов роста сверхпроводящей фазы в сверхпроводниках на основе Nb_3Sn

И.А. Каратеев¹, Е.А. Дергунова², А.Е. Воробьева², И.М. Абдюханов²,
М.В. Алексеев², М.О. Курилкин², А.Л. Васильев¹

¹ НИЦ «Курчатовский институт»,

123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1, Россия

² ОАО «ВНИИНМ имени академика А.А. Бочвара»,

123098, г. Москва, ул. Рогова, д. 5а, Россия

Сверхпроводники на основе Nb_3Sn будут использоваться в магнитах создаваемого термоядерного реактора (ITER) и в большом адронном коллайдере (БАК). Несмотря на достигнутые высокие электрофизические характеристики проводов, остается возможность повышения токонесущей способности на 30-40% путем изменения их микроструктуры.

Ранее было установлено [1], что слой Nb_3Sn в сверхпроводниках изготовленных бронзовым методом состоит из равноосных и столбчатых зерен, причем в столбчатых зернах наблюдаются отклонения от кристаллической структуры фазы A15. В работе приведены данные по изучению кристаллической структуры столбчатых зерен и причин, приводящих к изменению морфологии и микроструктуры. В рамках работы различными методами электронной микроскопии (ЭМ), в том числе и просвечивающей растровой ЭМ (ПРЭМ) были исследованы сверхпроводники прошедшие различные этапы диффузионного отжига. В частности были исследованы сверхпроводники до диффузионного отжига, после отжига в течение 15 минут, отжига в течение 1 часа и отжига в течение 10 часов. Также было проведено сравнение при различных температурах диффузионного отжига. Было установлено, что уже до диффузионного отжига вокруг волокон Nb присутствует интерметаллический слой Nb-Sn состоящий из равноосных зерен размером около 20 нм. Подробнее результаты исследования особенностей сверхпроводников до диффузионного отжига представлены в работе [2]. С увеличением времени термообработки наблюдается рост интерметаллического слоя, который состоит из равноосных зерен размером от 20 до 50 нм. На рисунке 1 представлены ПРЭМ изображения, полученные с помощью темнопольного высокоуглового кольцевого детектора, демонстрирующие динамику роста интерметаллического слоя. После термообработки в течение 1 часа рост слоя существенно замедляется, так после первого часа отжига толщина слоя составляет около 160 нм, а после 10 часов отжига - около 330 нм. После 10 часов термообработки обнаружено образование слоя столбчатых зерен. Данные микроанализа показали отсутствие диффузии Sn

по границам зерен Nb. Таким образом, изменение морфологии зерен может быть связано с существенным замедлением диффузии Sn из-за барьерного слоя $A15$ Nb_3Sn и падения содержания Sn в бронзовой матрице.

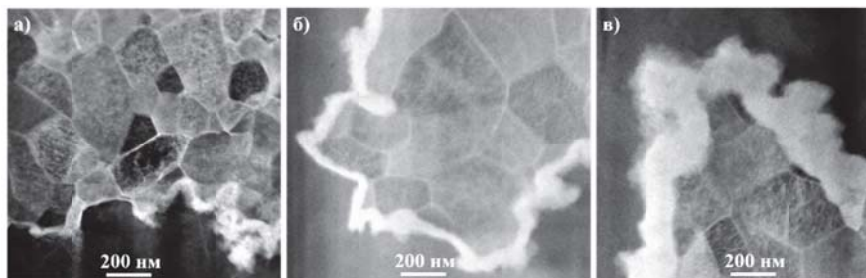


Рис1. Темнопольные высокоугловые ПРЭМ изображения (TITAN 80-300) интерметаллического слоя Nb_3Sn в одном масштабе: а) до диффузионного отжига, б) отжиг в течение 15 минут, в) отжиг в течение часа.

Результаты данной работы будут использованы для дальнейшей оптимизации технологических процессов.

1. *И.А. Каратеев, А.С. Орхов, М.Ю. Пресняков, А.Л. Васильев, И.М. Абдюханов, Е.А. Дергунова, С.М. Балаев*, Исследование микроструктуры сверхпроводников на основе Nb_3Sn , XXIV Российская конференция по электронной микроскопии, 93, 2012.
2. *И.А. Каратеев, А.Л. Васильев, Е.А.Дергунова, А.Е.Воробьева, Э.М.Абдюханов, М.В.Алексеев, М.В.Курилкин*, Исследование роста сверхпроводящей фазы в Nb_3Sn методами электронной микроскопии, XXV Российская конференция по электронной микроскопии, 100-101, 2014.

Исследование структуры нанопроволок Bi в растровом электронном микроскопе методом дифракции обратнорассеянных электронов.

Ю.А. Касумов¹, F. Brisset², А.Ю. Касумов¹, В.Т. Волков¹

¹. Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

². Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay, Orsay, France

В настоящее время внимание большого числа исследователей со всего мира приковано к так называемым «топологическим изоляторам» - материалам, проводящим электрический ток только в поверхностном слое. Особенности этой проводимости позволяют надеяться на создание новых приборов в нанoeлектронике и спинтронике [1].

В настоящее время состояние топологического изолятора изучается в основном на соединениях висмута. Добавление различных элементов, таких как Sb, Se и Te вызвано необходимостью создания энергетической щели в полуметаллическом висмуте. Энергетическая щель может также открываться вследствие квантового размерного эффекта (т.е. малого размера Bi -структур). Таким образом, нанопроволоки Bi являются перспективными кандидатами для исследования состояния топологического изолятора. Авторами данной работы недавно была предложена методика получения таких нанопроволок методом ВЧ-диодного распыления [2].

Из литературы известно [3], что только на атомных плоскостях Bi с определенной кристаллографической ориентацией могут проявляться эффекты топологического изолятора, поэтому представляет интерес развитие методик синтеза нанопроволок Bi с заданной преимущественной ориентацией, а также методик диагностики, позволяющих установить ориентацию нанопроволок Bi .

В данной работе показано, что метод дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ) в растровом электронном микроскопе (РЭМ) позволяет определить ориентацию отдельной нанопроволоки Bi (рис.1). Было установлено, что 13 нанопроволок из 25 исследованных выросли вдоль оси $\langle 100 \rangle$, что позволяет говорить о наличии преимущественного направления роста нанопроволок Bi , получаемых методом ВЧ-диодного распыления. Важно, что для ДОЭ в РЭМ, в отличие от электронной дифракции в просвечивающем электронном микроскопе не требуется обеспечение прозрачности подложки. Т.е. с помощью этого метода можно определить кристаллографическую ориентацию нанопроволоки на подложке между металли-

ческими контактами, и выполнить измерение электронного транспорта той же самой нанопроволоки.

Работа была выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и Министерства инвестиций и инноваций Московской области, грант № 14-48-03664.

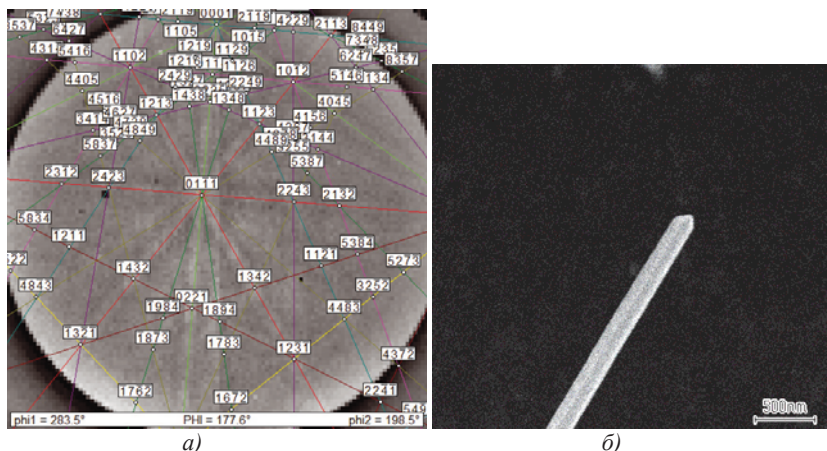


Рис. 1. а) Картина дифракции обратнорассеянных электронов с нанопроволоки Bi с осью роста $\langle 100 \rangle$; б) РЭМ изображение части нанопроволоки Bi

1. *M.Z. Hasan, C.L. Kane*, Rev. Mod. Phys., (2010), 82, 3045.
2. *Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, И.И. Ходос*, XXV Росс. конф. по электронной микроскопии, (2014), 104.
3. *M. Wada, S. Murakami, F. Freimuth, and G. Bihlmayer*, Phys. Rev. B, (2011) 83, 121310.

Структура и трещиностойкость волокнистых ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaO}$)/Мо композитов

В.М. Кийко, Н.И. Новохатская

Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

При разработке работающих в широком диапазоне температур жаропрочных волокнистых композитов, в составе которых используются высокопрочные хрупкие волокна, возникает проблема повышения трещиностойкости композитной структуры при низких температурах. Один из путей повышения трещиностойкости – организация чередования высокопрочных, но хрупких компонентов структуры, и «слабых», служащих стопорами распространению трещин при разрушении [1, 2]. Использование метода внутренней кристаллизации для получения оксидных волокон [3] неоднородной структуры, включающей прочные и «слабые» компоненты, открывает возможности повышения трещиностойкости как волокон, так и композитного материала в целом.

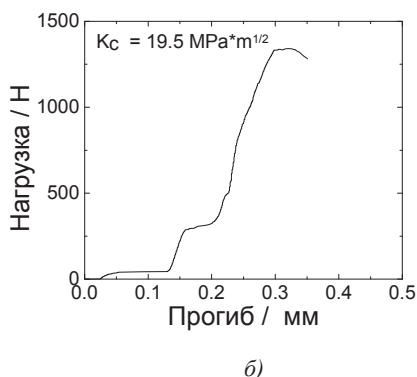
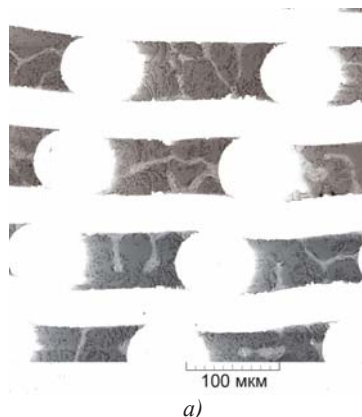


Рис. 1. а) изображение СЭМ поперечного шлифа образца k0242 волокнистого композита с хрупкой молибденовой матрицей (белого цвета на фотоснимке) и композитными волокнами (светло-серые – кальцийсодержащие области, включая гексаалюминат кальция [4]); исходный состав шихты волокон: оксид алюминия и 4.5% весовых оксида кальция; б) результат испытания при комнатной температуре указанного образца на трещиностойкость [5] с регистрацией прогиба от нагрузки при трехточечном изгибе, величина критического коэффициента интенсивности напряжений K_c показана в поле графика.

Рис. 1 представляет примеры композитной структуры волокон и нехрупкого характера поведения образца при испытаниях, а фотоснимки поверхности разрушения рис. 2 дополняют и подтверждают последнее.

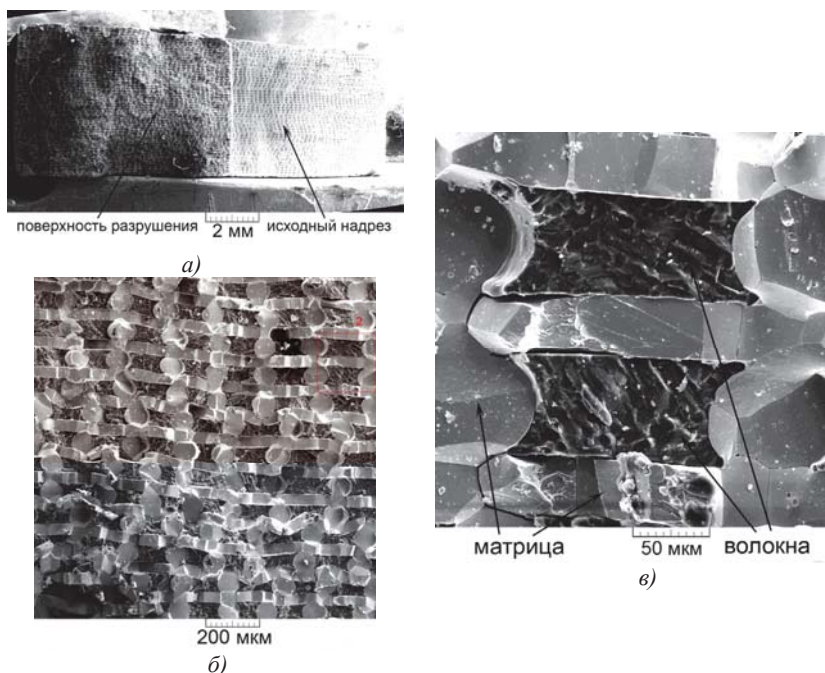


Рис. 2. Поверхность разрушения после испытания при трехточечном изгибе на трещиностойкость образца k0233 состава, аналогичного составу образца k0242 (см. рис. 1): а) общий вид образца с поперечным изломом, б) поверхность разрушения, в) участок поверхности разрушения с видимыми неоднородностями структуры волокон, расслоениями по границе раздела волокно-матрица и выдергиваниями волокон. Изображения СЭМ.

1. J. Cook, J.E. Gordon. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems. Proc. Roy. Soc Ser A, № 1391, v. 282, № 8, 1964, 508-520.
2. S.T. Mileiko, A.A. Kolchin, N.I. Novokhatskaya, V.M. Kiiko, I.V. Novikov. Quasi-plastic behaviour of brittle-matrix composites with oxide composite fibres. 16th European Conf on Composite Materials, July 2014, Spain.
3. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.
4. ACer-NIST. Phase equilibria diagrams. CD-Rom Database, Version 3.0, 2004.
5. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. Annual book of ASTM standards. E399-90, 03. 01. 1997.

Микроструктура и деформационные характеристики волокнистых $(\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaO})/\text{Mo}$ композитов

В.М. Кийко, Н.И. Новохатская

*Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия*

Традиционный путем повышения трещиностойкости жаропрочных волокнистых композитных материалов, содержащих хрупкие компоненты, является организация «слабых» поверхностей раздела волокно-матрица путем нанесения на волокно соответствующих покрытий, тормозящих распространение трещин в структуре материала, см., например, [1]. Использование композитных волокон на основе оксидов, содержащих как высокопрочные компоненты, так и «слабые», позволяет упростить технологический процесс получения композитного материала с нелинейными деформационными характеристиками, характерными для нехрупких структур, и получить нехрупкий материал из хрупких компонентов [2].

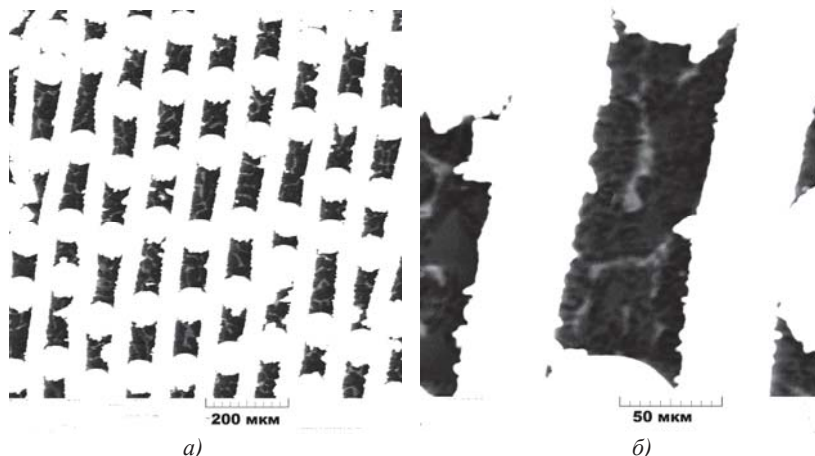


Рис. 1. Поперечные сечения (шлифы) волокнистого композита (образец k0212) с молибденовой матрицей (белого цвета на снимке) и композитными волокнами, полученными на основе оксида алюминия и 3% весовых оксида кальция: а) общий вид, б) отдельные волокна (включения светло-серого цвета в волокнах – кальцийсодержащие фазы).

Такие волокна в молибденовой матрице получены методом внутренней кристаллизации [3] на основе оксида алюминия и нескольких весовых процентов оксида кальция в исходной смеси. В результате технологической процедуры, включающей плавление смеси исходных оксидов, получены волокна, см. пример на рис.1, которые содержат высокопрочный оксид алюминия с включениями «слабого» гексаалюмината кальция [4].

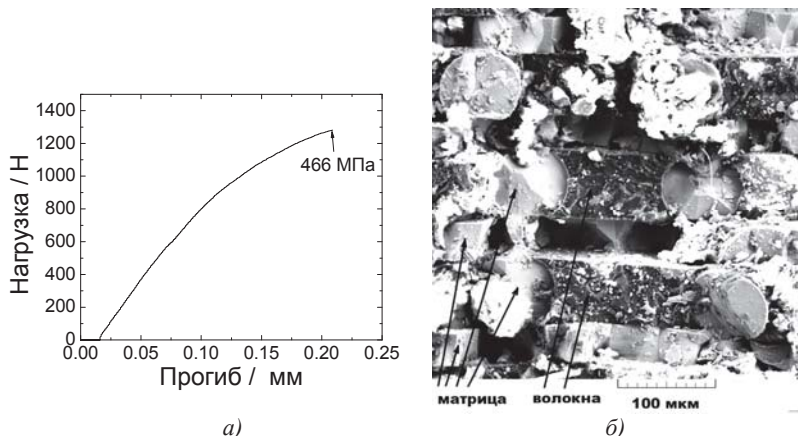


Рис. 2. а) зависимость нагрузка – прогиб образца k0217 состава, аналогичного представленному на рис.1, при испытаниях на трехточечный изгиб (в поле графика указана прочность образца); б) поверхность разрушения образца.

Механические испытания композитных образцов с хрупкой молибденовой матрицей и волокнами представленной структуры при комнатной температуре демонстрируют нелинейную зависимость нагрузка – прогиб, а развитая поверхность разрушения подтверждает нехрупкий характер разрушения; примеры представлены на рис. 2.

Изображения получены с использованием методов СЭМ.

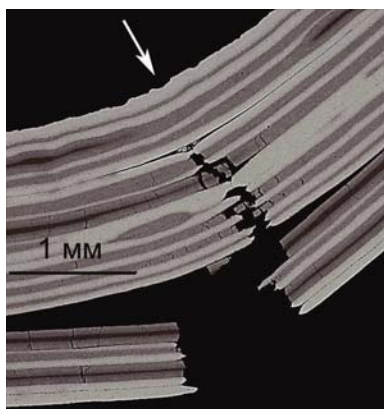
1. *Michael K Cinibulk.* Hexaluminates as a cleavable fiber - matrix interphase: synthesis, texture development, and phase compatibility. *Journal of the European Ceramic Society.* 2000, 20, 569-582.
2. *S.T. Mileiko, A.A. Kolchin, N.I. Novokhatskaya, V.M. Kiiko, I.V. Novikov.* Quasi-plastic behaviour of brittle-matrix composites with oxide composite fibres. 16th European Conf on Composite Materials, July 2014, Spain.
3. *С.Т. Милейко, В.И. Казьмин.* Получение композитов методом внутренней кристаллизации. *Механика композитных материалов*, 1991, 5, 898-908.
4. ACer-NIST. Phase equilibria diagrams. CD-Rom Database, Version 3.0, Copyright 2004.

Структура макротрещины и трещиностойкость слоистого Ni-Al композита

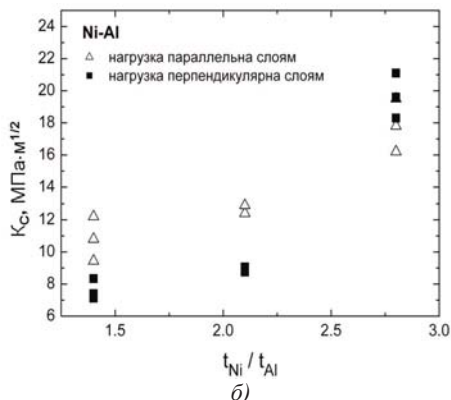
В.М. Кийко, В. П. Коржов

Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Разработка композитов на основе никелевых сплавов [1] с включением в их структуру ряда хрупких интерметаллидных соединений [2] открывает не только возможности повышения характеристик их жаропрочности, но и ставит проблему повышения их трещиностойкости при низких температурах. Цель работы - разработка композитов такой слоистой структуры, в которых чередование хрупких и пластичных слоев, а также наличие относительно слабых границ раздела между слоями [3] создает условия для решения этой проблемы.



а)



б)

Рис. 1. а) структура макротрещины: стрелкой указано направление приложения нагрузки, серые слои – твердый раствор алюминия в никеле, темно-серые слои - интерметаллиды Ni-Al; б) зависимость критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} от исходного отношения t_{Ni}/t_{Al} . Испытания проведены на трехточечный изгиб при комнатной температуре. Изображение получено методами СЭМ.

Получение композитных материалов такой структуры выполнялось посредством диффузионной сварки пакетов чередующихся никелевых и алюминиевых фольг толщиной в сотни мкм [4] в режиме: (температура 550°C – время 1ч – давление 15 МПа) плюс (1100°C – 1ч – 20 МПа) с различными исходными отношениями в заготовке толщин фольг никеля и алюминия

t_{Ni}/t_{Al} : 1,4, 2,1, 2,.8. В результате формировалась слоистая структура (см. рис 1а) с чередованием слоев твердого раствора алюминия в никеле и интерметаллидных слоев, включающих соединения Ni_3Al , Ni_5Al_3 и $NiAl$.

Испытания материалов при трехточечном изгибе, учитывая анизотропию материалов, проводилось с приложением нагрузки к образцам в двух взаимоперпендикулярных направлениях: вдоль слоев и перпендикулярно слоям. На рис. 1а в качестве примера показано сечение образца в области макротрещины, испытанного с приложением нагрузки перпендикулярно слоям. Виден сложный характер разрушения. Концентрация напряжений в зоне кончика макротрещины приводит к расслоению материала по границам раздела различных слоев, тормозя ее продвижение, наблюдается также ветвление макротрещины. Микротрещины, возникающие в хрупких интерметаллидных слоях в зоне макротрещины, не распространяются в относительно пластичные слои твердого раствора алюминия в никеле; последние разрушаются с образованием «шеек». По расслоившимся границам вдоль различных слоев наблюдаются сдвиги. Эти и им подобные процессы вносят существенный вклад в энергию неупругого рассеяния в процессе разрушения, увеличивая трещиностойкость композитной структуры. Испытания на трещиностойкость проводилось с учетом рекомендаций ASTM [5] с вычислением критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} . В процессе испытаний регистрировались зависимости нагрузка-прогиб. Эти зависимости имели нелинейный, ступенчатый, «зазубренный» вид, характерный для разрушения нехрупких композитных материалов. Результаты испытаний на трещиностойкость образцов, изготовленных в одинаковых режимах, но с различным отношением t_{Ni}/t_{Al} и с различными направлениями приложения нагрузки при испытаниях, приведены на рис. 2б.

1. Б.А Гринберг, М.А. Иванов. Интерметаллиды Ni_3Al и $TiAl$: микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург: УрО РАН, 2002. 360 с.
2. T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian, L. Kacprzak. Eds. Binary Alloy Phase Diagrams. The Mater. Inform. Soc., 2nd Ed. Ohio: Materials Park, 1992.
3. J. Cook, J.E. Gordon. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems. Proc. Roy. Soc Ser A, № 1391, v. 282, № 8, 1964, 508-520.
4. В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Куйко. Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями. Физика и техника высоких давлений, 2010, 4, 10-108.
5. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. Annual book of ASTM standards. E399-90, 03. 01. 1997.

Исследование методом атомно-силовой микроскопии структуры аморфных и нанокристаллических сплавов на основе металлов группы железа при термическом воздействии.

А.В. Кириллов, Е.Б. Модин, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, А.В. Дубинец, В.В. Ткачев, В.С. Плотников.

*ФГАОУ ВПО «Дальневосточный федеральный университет»,
690950, г. Владивосток, ул. Суханова 8, Россия*

Аморфные нанокристаллические сплавы являются перспективными функциональными материалами, благодаря уникальному сочетанию трибологических, электрических и электроэрозионных свойств. В настоящее время аморфные нанокристаллические сплавы используются в энергетике, авиационном, производстве устройств памяти и т.д.

В данной работе исследовались аморфные и нанокристаллические металлические сплавы систем (Co,Ni)-P, (Co,Ni)-W. Образцы были получены методом электролитического осаждения из серноокислых растворов с добавками гипофосфита натрия. Параметры электролитического осаждения для системы (Co,Ni)-P: кислотность $pH=1,6$; температура электролита $T=65^{\circ}C$; плотность катодного тока $D_k=15 \text{ мА/см}^2$, для (Co,Ni)-W: $pH=6,5$; $T=30-40^{\circ}C$; $D_k=25 \text{ мА/см}^2$. Осаждение проводилось в стационарном режиме и нестационарном с частотами от 1 Гц до 10 кГц. Импульсный электролиз приводит к формированию более однородной структуры. Так при частоте электролиза 10 Гц на поверхности образца имеются светлые и темные неоднородности что обусловлено их разным составом. При больших частотах импульсного электролиза появляются четко выделенные области с повышенной плотностью материала, с ростом частоты увеличивается их количество и размеры этих областей уменьшаются с $4\div 8 \text{ мкм}$ при 100 Гц до $1\div 2 \text{ мкм}$ при 10000 Гц

На АСМ изображениях, видно, что пленки состоят из зерен (Рисунок 1а). На границах зерен располагаются отверстия размером $5\div 20 \text{ нм}$, образованные в результате выделения водорода на электроде. С ростом частоты меняется размер зерен с $30\div 40 \text{ нм}$ на низких частотах (10 Гц) до $60\div 100 \text{ нм}$ на высоких частотах (10000 Гц). На рисунке 1б представлено распределение зерен по размерам (на 1 мкм^2), в зависимости от частоты импульсного электролиза.

Таким образом, регулируя параметры осаждения (температуру, частоту электролиза и т.д.) можно получать различные типы структур, например пленки со столбчатой структурой, обладающие перпендикулярной магнит-

ной анизотропией. Создание материалов с заданными свойствами является актуальной задачей современного материаловедения. Дальнейшее изучение процессов осаждения позволит выработать механизмы получения материалов с заданными свойствами. Работа выполнена при поддержке Научного фонда ДВФУ, гранта РФФИ № 15-02-06545 и госзадания № 559.

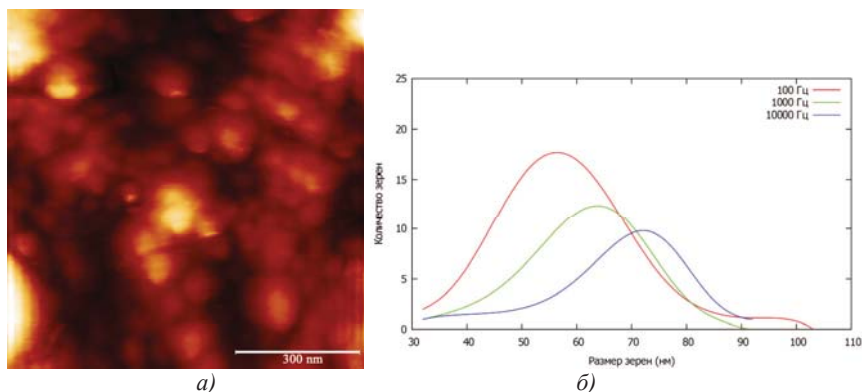


Рис. 1. а) АСМ изображение участка структуры сплава CoNiW после отжига при температуре 473К в течение 2-х часов. Полуконтактный режим. б) Распределение зерен по размерам (на 1 мкм²), в зависимости от частоты импульсного электролиза.

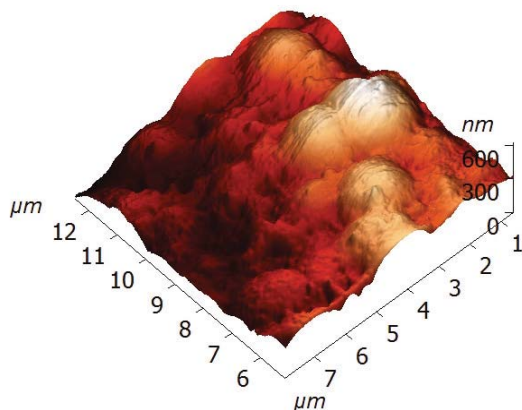


Рис. 2. АСМ изображение (3D) участка структуры сплава CoNiP после отжига при температуре 473К в течение 2-х часов.

Микроскопия двойных пленок ZnO/AlN на сапфире

А.М. Клевачев, А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, П.А. Просеков,
А.Л. Васильев, Е.В. Ракова, В.М. Каневский.

Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

В работе выполнена комплексная характеристика поверхности сапфировых подложек с ориентацией (0001), подвергнутых термохимической нитридации, и изучено ее влияние на морфологию и структуру гетероэпитаксиальных пленок ZnO, получаемых методом магнетронного распыления. Образцы представляли собой пластины Al_2O_3 диаметром 50.8 мм и толщиной 0.43 мм, полированные химико-механическим способом. Термохимическую нитридацию подложек проводили при температуре 1450°C по методике, подробно описанной в [1]. ZnO осаждали на нитридованные сапфировые подложки в камере магнетронного распыления при температуре 650°C. Образцы сапфира, после этапа нитридизации и пленки оксида цинка выращенные на них исследовались методами дифракции быстрых электронов (ДБЭ) в геометрии на отражение, атомно-силовой микроскопии (АСМ), методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ). Рентгеновские исследования проводились с использованием стандартной двухкристалльной схемы дифрактометрии в горизонтальной геометрии на отражение. Измерялись кривые дифракционного отражения (КДО) эпитаксиальных слоев ZnO двух исследуемых образцов – с буферным слоем AlN (толщиной ~200 нм) и при его отсутствии.

По данным ПЭМ/ПРЭМ поперечного среза образца AlN/ Al_2O_3 , на поверхности сапфировой подложки после термохимической нитридизации образовалась сплошная пленка нитрида алюминия толщиной порядка 100 нм с четкой границей между слоем и подложкой AlN/ Al_2O_3 . Результаты энергодисперсионного рентгеновского микроанализа подтверждают полную нитридизацию поверхностного слоя подложки лейкосапфира на глубину порядка 100 нм. По данным ДБЭ на отражение, на поверхности сапфировых подложек после термохимической нитридизации присутствует монокристаллическая фаза AlN с гексагональной структурой типа вюртцита (рис. 1а, вставка). Индицирование электронограммы показывает, что слой AlN ориентирован плоскостью (0001) параллельно поверхности подложки и состоит из блоков с небольшим углом разориентации относительно друг друга. На поверхности нитридной пленки видны (рис. 1а) характерные гексагональные ямки травления с линейными размерами ребер

до 200 нм и глубиной до 10 нм. На рис. 1б представлены экспериментальные кривые дифракционного отражения эпитаксиальных пленок ZnO от плоскостей (002) для двух полученных структур ZnO/Al₂O₃ и ZnO/AlN/Al₂O₃.

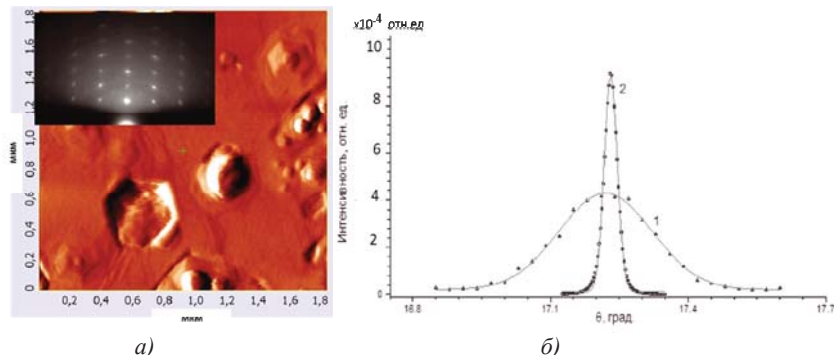


Рис. 1. АСМ – изображение (контактный режим сканирования) поверхности (0001) сапфировой подложки после термохимической нитридации и ее электронограмма (вставка) (а); Экспериментальные кривые дифракционного отражения пленки ZnO от плоскостей (002): 1 – образца без буферного слоя AlN; 2 – образца с буферным слоем AlN. Интенсивность кривой 1 показана умноженной на 350 (б).

Из сравнения КДО видно, что в случае структуры ZnO/AlN/Al₂O₃ интенсивность отражения от плоскости ZnO (002) значительно выше (в 800 раз), а полуширина кривой значительно меньше (в 7 раз), чем в случае ZnO/Al₂O₃. Данные рентгеновской дифрактометрии также свидетельствуют о том, что термохимическая нитридизация поверхности (0001) сапфировых подложек приводит к существенному повышению структурного совершенства эпитаксиальных пленок ZnO. Работа поддержана РФФИ (грант №15-02-01197а) и Президиумом РАН (Программа фундаментальных исследований №1 «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий»).

1. Нижанковский С.В., Крухмалев А.А., Калтаев Ч.Ш.-оглы и др. // ФТТ. 2012. Т. 54. №9. С. 1777.
2. Trautnitz T., Sorgenfrei R., Fiederle M // J. Cryst. Growth. 2010. V. 312. P. 624.

Влияние процесса скольжения дислокаций на формирование перекрестно-штриховой морфологии в AIII-BV гетероструктурах

В.А. Ковальский¹, П.С. Вергелес¹, В.Г. Еременко¹, Д.А. Фокин²,
М.В. Дорохин³, Ю.А. Данилов³, Б.Н. Звонков³

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Bruker Nano Surface Division, Moscow, Russia

³ Научно-исследовательский физико-технический институт Нижегородского государственного университета им. Н.И.Лобачевского, Нижний Новгород

Особенностью гетероэпитаксии материалов с незначительным рассогласованием решеток является формирование специфической морфологии поверхности эпитаксиального слоя в виде перекрестной системы гребней и канавок, ориентированных вдоль кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ на плоскости роста (001). Подобная морфология, получившая название перекрестно-штриховой морфологии (ПШМ), наблюдается на поверхности эпитаксиальных слоев SiGe/Si, AIII-BV и AII-BVI структур. Традиционно рассматриваются два механизма возникновения данной морфологии: 1) образование дислокаций несоответствия и связанных с ними локальных напряжений, которые приводят к возникновению ПШ структур [1] 2) формирование ступенек на поверхности слоя вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ как следствие скольжения прорастающих дислокаций в процессе пластической релаксации напряжений [2]. Однако, несмотря на многочисленные исследования, природа данного явления до конца не ясна.

В настоящей работе с помощью методов АСМ и наведенного тока (НТ) в РЭМ рассмотрено формирование ПШМ на поверхности слоев магнитного полупроводника GaMnAs, выращенных на буферных подслоях InGaAs методом осаждения из лазерной плазмы. На микроснимках в НТ выявляется система продольных и поперечных протяженных линий разной контрастности, ориентированных вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ и состоящих из элементов мозаичной структуры микронного размера, которые отображают морфологию GaMnAs. При низких и средних значениях ускоряющих напряжений темный и светлый контраст НТ соответствует гребням и долинам на поверхности (Рис. 1). Детальные эксперименты показали, что отдельные линии демонстрируют различное поведение в НТ при изменении энергии электронного пучка, а также при варьировании напряжения, приложенного к p - n структуре (например, линии 1-4). Очевидно, эти линии не могут быть связаны с традиционно рассматриваемой электрической активностью дис-

локаций несоответствия на интерфейсе буферный слой/подложка. Можно предполагать, что они являются проявлением повышенной рекомбинации неосновных носителей на отдельных протяженных дефектах или на их группах, неоднородно распределенных по глубине буферного слоя InGaAs.

Полученные результаты дают основания считать, что движущиеся в плоскостях $\{111\}$ в процессе релаксации упругих напряжений в буферных слоях InGaAs прорастающие дислокации формируют электрически активные протяженные дефекты. Данный процесс идентичен условиям формирования рекомбинационно активных протяженных дефектов нового типа, выявленных в пластически деформированных кристаллах Si и SiGe [3, 4]. Предполагается, что топология ядра протяженных дефектов, реконструкция поверхности и упругие напряжения, связанные с образованием дефектов в плоскостях скольжения, составляют основу нового механизма формирования ПШМ на поверхности эпитаксиальных структур.

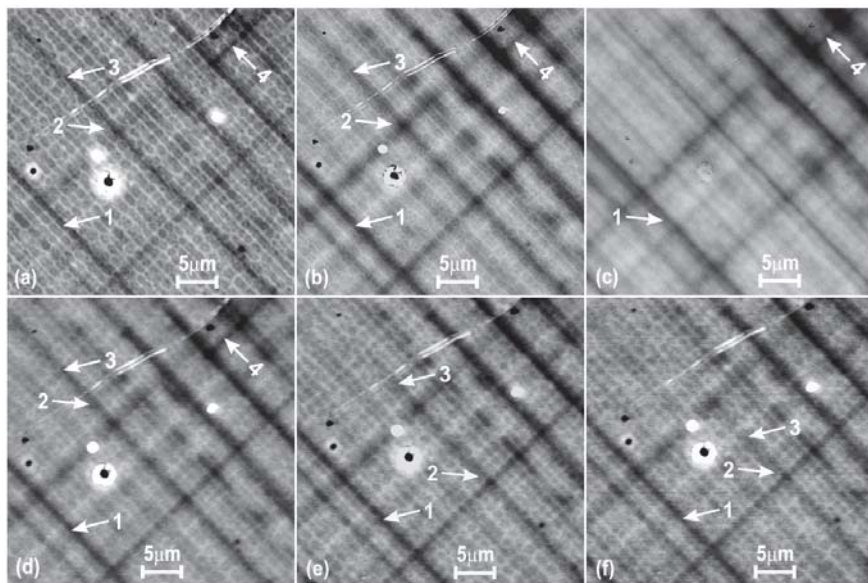


Рис. 1. Изображения в НТ одного участка структуры при разных энергиях пучка: (a) 12 кэВ, (b) 18 кэВ, (c) 36 кэВ; при одной энергии пучка 15 кэВ и разных напряжениях, приложенных к p - n структуре: (d) 0.2 В, (e) -1.5 В, (f) -2.5 В.

1. M. Albrecht, S. Christiansen, J. Michler et al., Appl. Phys. Lett. 67, 1232 (1995).
2. A.M. Andrews, J.S. Speck, A.E. Romanov et al., J. Appl. Phys. 91, 1933 (2002).
3. V. Eremenko, E. Yakimov and N. Abrosimov, Phys. Stat. Sol. (c) 4, 3100 (2007).
4. V. Eremenko, J.L. Demenet and J. Rabier., Phys. Stat. Sol. (c) 6, 1801 (2009).

Определение трех и четырехкомпонентных частиц в сплаве $\text{Al}_{85}\text{Ni}_9\text{Fe}_4\text{La}_4$ методами просвечивающей растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа

Н.Н. Колобылина¹, С.Ю. Лопатин², А.Л. Васильев^{1,3}, Н.Д. Бахтеева⁴,
М.Ю. Пресняков¹, А.Г. Иванова³, Е.В. Тодорова⁴.

¹ РНЦ «Курчатовский Институт», Москва.

² FEI, Eindhoven, The Netherlands/

³ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва.

⁴ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН.

Использование методов просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) высокого разрешения с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы (методики чувствительной к Z-контрасту) в соединении с энергодисперсионным рентгеновским микроанализом атомного разрешения, позволяет определять кристаллическую структуру неизвестных соединений. Эти методики были применены для определения структуры фаз в четырехкомпонентных сплавах на основе Al-Ni-Fe-La.

Исследования проводилось на электронных микроскопах Титан 80-300 (FEI, США) и Титан 80-200 (FEI, США) с корректорами сферической аберрации осветительной системы и сверхчувствительным SDD (silicon drift detector) детектором. Ускоряющее напряжение составляло 300 и 200 кВ, соответственно.

Было обнаружено, что кроме частиц гцк-Al и Al_4La ($\text{Al}_{11}\text{La}_3$) [1] в сплаве присутствуют тройная фаза $\text{Al}_3\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x$ (Пр.гр. *Pnma*) и четверная фаза $\text{Al}_8\text{Fe}_{2-x}\text{Ni}_x\text{La}$, изоструктурная фазе $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Eu}$ (Пр.гр. *Pbam*). В частицах $\text{Al}_8\text{Fe}_2 - x\text{Ni}_x\text{La}$ обнаружены включения фазы $\text{Al}_{3,2}(\text{Fe},\text{Ni})$ в виде δ -слоев. Кроме этого выявлен ряд дефектов: антифазные границы и двойники. Полученные данные совместно с данными рентгенофазового анализа позволили определить с высокой точностью кристаллические параметры новых тройной и четверной фазы.

На основании данных этого исследования была определена последовательность фазообразования при отжиге аморфных Al-Ni-Fe-La сплавов и аморфных сплавов после интенсивной пластической деформации.

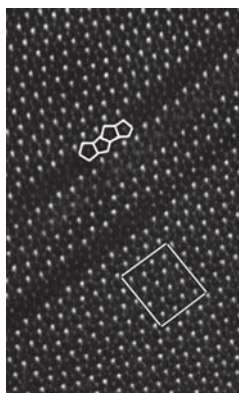


Рис.1: Темнопольное ПРЭМ изображение, полученное при регистрации электронов, рассеянных на большие углы, кристаллической решетки фазы $\text{Al}_8\text{Fe}_2 - x\text{Ni}_x\text{La}$ с осью зоны $B = [001]$. Выделены 2×2 элементарные ячейки. В области включения $\text{Al}_{3.2}\text{Fe}$ показаны пентагоны, образованные атомами Fe и Ni (а). Схема кристаллической решетки $\text{Al}_8\text{Fe}_2 - x\text{Ni}_x\text{La}$ в проекции (001) (б), схема кристаллической решетки $\text{Al}_{3.2}\text{Fe}$ в проекции (010) (в). Черными линиями показаны пентагоны, образованные атомами Fe и Ni, соответствующие пентагонам на экспериментальном изображении (а).

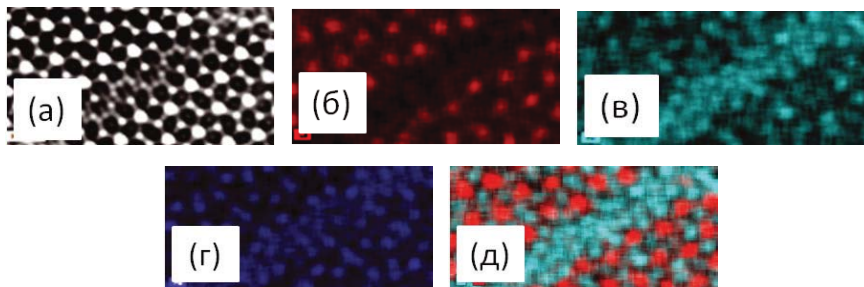


Рис.2: (а) - ПРЭМ высокого разрешения; (б) - La; (в) - Ni; (г) - Fe; (д) - карта атомного разрешения со вставками Ni и La.

Применение метода ВРПРЭМ совместно с новым методом энергодисперсионного рентгеновского микроанализа атомного разрешения дало возможность уточнить данные о замещении атомов Ni атомами Fe в соединениях $\text{Al}_8\text{Fe}_2 - x\text{Ni}_x\text{La}$, $\text{Al}_{3.2}\text{Fe}_1 - x\text{Ni}_x$ и определить дефектную структуру интерметаллида $\text{Al}_8\text{Fe}_2 - x\text{Ni}_x\text{La}$.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках гранта 13-02-12190 офи-м.

Литература

1. Бахтеева Н.Д., Тодорова Е.В., Колобылина Н.Н. и др. // Металлы. 2013. № 2. С. 55.

Исследование процессов формирования наноразмерных структур углерода методом локального ионно-стимулированного осаждения

А.С. Коломийцев, И.Н. Коц, С.А. Лисицын

Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного Федерального Университета, г. Таганрог, Ростовская обл., Россия

Задача воспроизводимого формирования наноразмерных структур является актуальной в таких областях науки как микро- и нанoeлектроника, наносистемная техника, наносенсорика [1]. На сегодняшний день одним из перспективных методов наноразмерного профилирования является метод фокусированных ионных пучков (ФИП), который позволяет в едином технологическом цикле, без использования резистов, масок и травителей, в условиях высокого вакуума производить операции ионно-лучевого травления и ионно-стимулированного осаждения материалов с высокой локальностью и воспроизводимостью геометрических параметров [2].

Целью данной работы является проведение экспериментальных исследований процессов ионно-стимулированного осаждения углерода (C) на поверхность кремниевой подложки для определения закономерностей формирования наноразмерных структур.

Принцип метода ФИП заключается в локальной модификации поверхности твердых тел под действием ускоренных до энергии 30 кэВ ионов Ga^+ . При взаимодействии ускоренных ионов с химически-активными газами, введенными в зону воздействия пучка, происходит разложение газа, при котором твердый компонент локально осаждается на поверхности, а летучие компоненты удаляются вакуумной системой [3].

В данной работе экспериментальные исследования проводились на растровом электронном микроскопе (РЭМ) Nova Nanolab 600 (FEI Company), оснащенном системой ФИП. Анализ результатов экспериментальных исследований производился методами сканирующей зондовой микроскопии на C3M Solver P-47 PRO (ЗАО «НТ-МДТ»).

В ходе экспериментальных исследований в программе управления Nova Nanolab 600 формировался растровый графический шаблон для проведения ионно-стимулированного осаждения, представляющий собой потоковый файл формата ASCII, содержащий координаты матрицы 25 точек и описание режимов воздействия ФИП. В качестве газа-носителя осаждаемого материала применялся $\text{C}_{14}\text{H}_{10}$. При проведении операций ионно-стимулированного осаждения от матрицы к матрице варьировался технологический параметр Dt (время воздействия ионного пучка в каждой точке)

от 5 000 до 12 000 с шагом в 1 000. Экспериментальные исследования производились при значениях тока фокусированного ионного пучка: 1, 10, 30 и 50 пА. Геометрические параметры сформированных матриц наноразмерных структур исследовались методом атомно-силовой микроскопии. Статистическая обработка результатов производилась при помощи программного пакета Image Analysis 2.0 (ЗАО «НТ-МДТ»).

На основании полученных результатов построены графики зависимости диаметра и толщины сформированных наноразмерных структур С от параметра На рис. 1 представлены графики зависимостей при значении тока ФИП 50 пА.

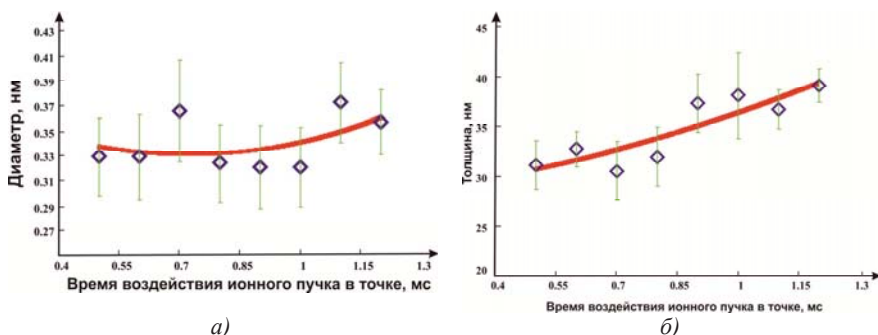


Рис. 1. Зависимость диаметра (а) и толщины (б) наноразмерных структур С от времени воздействия ионного пучка в точке при $I=50$ пА

Установлено определяющее влияние тока ФИП на скорость ионно-стимулированного осаждения С. Выявлено, что увеличение времени воздействия ионного пучка в точке существенно влияет на увеличение толщину осаждаемого С и незначительно на увеличение диаметра наноструктур, что объясняется постоянством диаметра ФИП при неизменном токе. Полученные закономерности позволяют прогнозировать геометрические параметры наноразмерных структур при различных значениях технологических параметров ФИП.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-07-31162 мол_а, а также Министерства образования и науки в рамках проектной части государственного задания в сфере научной деятельности (задание №16.1154.2014/К).

1. В.В. Лучинин, Ю.М. Тауров. Нанотехнология: физика, процессы, диагностика, М.: Физматлит, 2006, 552.
1. L.A. Giannuzzi., F.A. Stevie. Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice, New York: Springer, 2004 – 357 pp.

СТМ зонд из монокристаллической нанопроволоки $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ для туннельной микроскопии высокого разрешения

О.В. Кононенко¹, С.И. Божко², А.А. Мазилкин², А.М. Ионов², С.В. Чекмазов²,
А.А. Капустин², В.С. Божко³

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

² *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

³ *Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва,
Россия*

В последнее время топологические изоляторы привлекают к себе повышенное внимание и с точки зрения теории и с точки зрения эксперимента [1]. Легирование атомами сурьмы полуметалла висмута приводит к квантовому фазовому переходу к кристаллу топологического изолятора $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ при концентрациях сурьмы 0,07-0,21 ат.%. Свойства сплава $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ исследовали как на массивных образцах, так и на плёночных образцах [2, 3]. Одним из наиболее привлекательных объектов является нанопроволока $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$, поскольку она может быть выращена в виде монокристалла.

Структура СТМ зонда является критичной для получения высокого пространственного разрешения и надёжной интерпретации экспериментальных данных. Обычно СТМ зонды изготавливают из поликристаллической вольфрамовой проволоки, используя электрохимическое травление. Недавно было показано, что с использованием зонда из ориентированного кристалла вольфрама можно получить высококачественное атомное разрешение поверхности со сложной атомной структурой [4].

Использование монокристаллической проволоки из сплава $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ в качестве СТМ зонда является очень привлекательным из-за возможности совмещения высокого атомного разрешения монокристаллического зонда и спин зависимого туннелирования благодаря топологическим поверхностным состояниям $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ нанопроволоки. Этот подход может обеспечить визуализацию магнитной структуры на атомном уровне с использованием немагнитного зонда.

$\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ нанопроволока была выращена на подложках кремния ориентации (111) и на подложках окисленного кремния ориентации (100) методом частично ионизированного потока [5]. Исследования в просвечивающем электронном микроскопе показали, что нанопроволока представляет собой монокристаллы с ромбоэдрической структурой. Диаметр нанопроволоки

100 – 250 нм. Энергодисперсионный рентгеновский анализ в ПЭМ показал, что содержание сурьмы в нанопроволоке составляет 10 – 14 ат. %.

СТМ зонды изготавливали с помощью FEI Dual Beam VERSA 3D HighVac микроскопа. $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ нанопроволоку отрезали от подложки с помощью сфокусированного ионного пучка и переносили посредством микроманипулятора на кончик вольфрамовой иглы и приваривали к ней с помощью осаждения платины (Рис. 1 а).

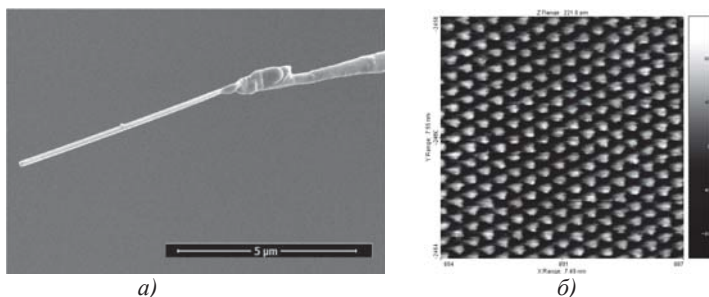


Рис. 1. а) СЭМ изображение СТМ зонда из монокристаллической $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ нанопроволоки, приваренной к вольфрамовой поликристаллической игле. б) 7.5×7.5 нм СТМ изображение (111) поверхности кристалла сурьмы, снятая с помощью зонда из монокристаллической $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ нанопроволоки. Параметры съёмки: $U_b = +0.01$ В, $I_t = 70$ пА.

СТМ эксперименты с помощью изготовленных зондов проводили на поверхности монокристаллической сурьмы ориентации (111) в сканирующем туннельном микроскопе OMICRON VT AFM XA. СТМ изображение, полученное с помощью $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ зонда, показано на рисунке 1 б. Стабильность структуры кончика зонда во время СТМ экспериментов и полученное атомное разрешение доказывает возможность использования $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ зонда для СТМ экспериментов с пикометровым вертикальным и латеральным разрешением.

Работа частично поддержана грантами Программы Президиума РАН № 24 «Фундаментальные основы технологий наноструктур и наноматериалов», Программы ОФН РАН «Актуальные материалы и структуры» и РФФИ 13-02-00781.

1. L. Fu and C. L. Kane, Phys. Rev. B, (2007), 76, 045302.
2. D. Hsieh, D. Qian, L. Wray, Y. Xia, Y. S. Hor, R. J. Cava and M. Z. Hasan, Nature, (2008), 452, 970.
3. T. Hirahara, Y. Sakamoto, Y. Saisyu, H. Miyazaki, S. Kimura, T. Okuda, I. Matsuda, S. Murakami and S. Hasegawa, Phys. Rev. B, (2010), 81, 165422.
4. A.N. Chaika, et al. Sci. Rep., (2014), 4, 3742.
5. O.V. Kononenko, V.N. Matveev, A.Yu. Kasumov, N.A. Kislov and I.I. Khodos, Vacuum, (1995), 46, 685.

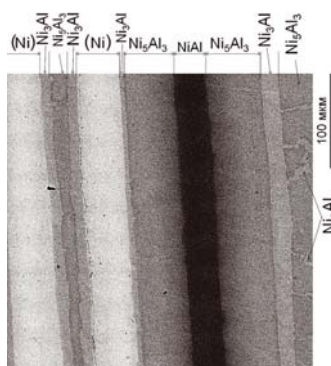
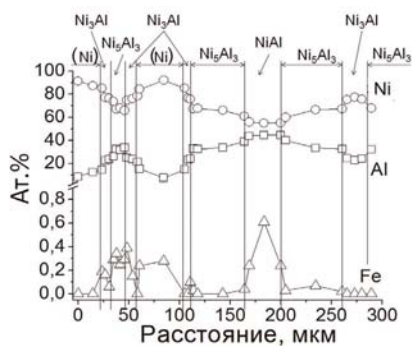
Влияние исходного состава на формирование структуры слоистого композита на основе Ni-Al

В. П. Коржов, В.М. Кийко

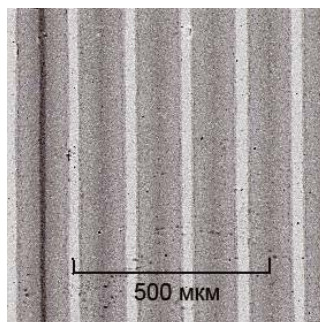
*Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия*

Разработка слоистого композита, включающего целый ряд интерметаллидов системы Ni-Al [1], а также твердый раствор алюминия в никеле, нацелена на обеспечение получения материалов с удельными характеристиками жаропрочности, а также трещиностойкости при низких температурах, превосходящими характеристики используемых в настоящее время никелевых сплавов. Специфика предлагаемого способа формирования композитной структуры из фольг никеля и алюминия представляется потенциально гибким инструментом как для разработки конструкционных материалов, так и для модельных экспериментов, результаты которых могут быть перенесены на другие материалы [2, 3].

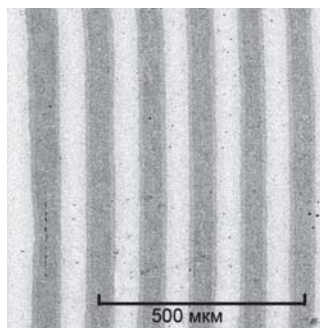
Наряду с технологическими режимами, состав препрега– многослойного пакета чередующихся фольг никеля и алюминия – в значительной степени определяет результат формирования структуры. На рис. 1 показаны в качестве примера структуры слоистых композитов, полученных в одинаковых режимах диффузионной сварки пакетов фольг ($550^{\circ}\text{C} - 1\text{ч} - 15\text{ МПа}$) плюс ($1100^{\circ}\text{C} - 1\text{ч} - 20\text{ МПа}$), но с различными отношениями толщин фольг никеля и алюминия $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}}$ в заготовке. На рис. 1а детально представлены результаты анализа структуры полученного композита с $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}} = 1,4$, содержащей интерметаллиды Ni_3Al , Ni_5Al_3 и NiAl , а также твердый раствор алюминия в никеле (Ni). На изображениях СЭМ рис.1 оптическая плотность участков меняется от светло-серого до черного в соответствии с последовательностью фаз: (Ni), Ni_3Al , Ni_5Al_3 , NiAl , что позволяет качественно судить о составе структур, представленных на рисунке. Так, например, получение композита с величиной $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}} = 2,8$ в заготовке, не привело к образованию NiAl (рис. 1в) в структуре в сравнении со структурой образца, полученного из заготовки с $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}} = 1,4$ (рис. 1а и рис. 1б). Выбор отношения толщин фольг в заготовке в сочетании с вариациями параметров технологических режимов, как представляется, позволит формировать необходимую структуру.



а)



б)



в)

Рис. 1. Поперечные сечения слоистого Ni-Al композита. а) участок структуры с отношением в заготовке $t_{Ni}/t_{Al} = 1,4$ (внизу) и соответствующий ему концентрационный профиль (вверху). Общий вид структур с отношениями t_{Ni}/t_{Al} : б) 1,4, в) 2,8. Изображения СЭМ.

1. T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian, and L. Kacprzak, Eds. Binary Alloy Phase Diagrams. The Mater. Inform. Soc., 2nd Ed., Ohio: Materials Park, 1992.
2. В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Куйко. Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями. Физика и техника высоких давлений, 2010, 4, 10-108.
3. М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.М. Куйко, Д.В. Прохоров А.Н. Толстун. Влияние термообработки под давлением на структуру слоистых композитов Ni/Al. Перспективные материалы, 2011, 13, 704-711.

Состав, структура и прочность Ni-Al композита при различных температурах

В. П. Коржов, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

В настоящее время используются направленно кристаллизованные сплавы на основе Ni_3Al с рабочей температурой до $1100-1150^\circ\text{C}$ [1, 2]. С целью повышения рабочей температуры, увеличения сопротивления ползучести, повышения прочности и снижения удельного веса никелевых сплавов представляется перспективным использовать и другие интерметаллиды-соединения системы Ni-Al [3].

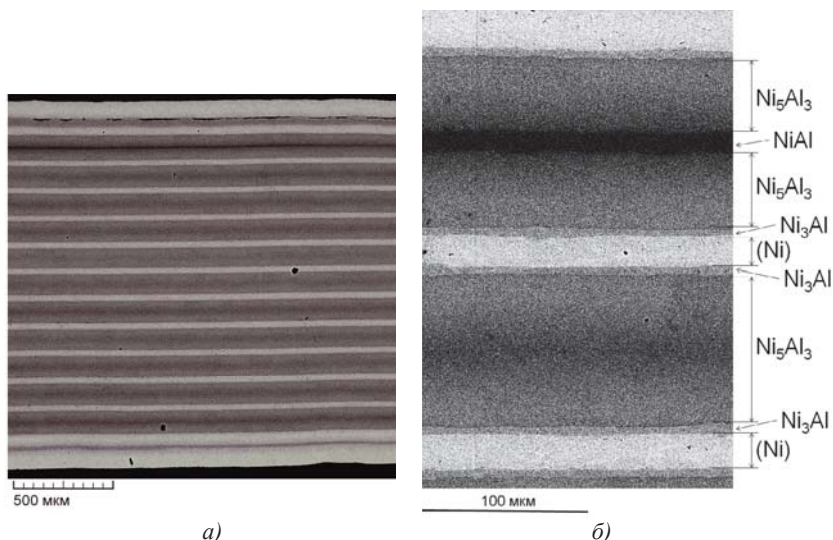


Рис. 1. Изображения СЭМ структуры поперечного сечения слоистого Ni-Al композита с исходным отношением $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}} = 1,4$ при различных увеличениях: а) светло-серые слои – твердый раствор алюминия в никеле, темно-серые слои - интерметаллиды Ni-Al; б) микроструктура участка поперечного сечения с указанием состава слоев, (Ni) - твердый раствор алюминия в никеле.

В настоящей работе получение композитных материалов необходимого состава и структуры выполнялось путем диффузионной сварки пакетов чередующихся никелевых и алюминиевых фольг [4, 5] с отношением их толщин $t_{\text{Ni}}/t_{\text{Al}}$ в двухступенчатом режиме (550°C – 1ч – 15 МПа) плюс

(1100°C – 1ч – 20 МПа). В примере, показанном на рис. 1, исходный пакет содержал никелевую фольгу толщиной 85 мкм и алюминиевую – 60мкм.

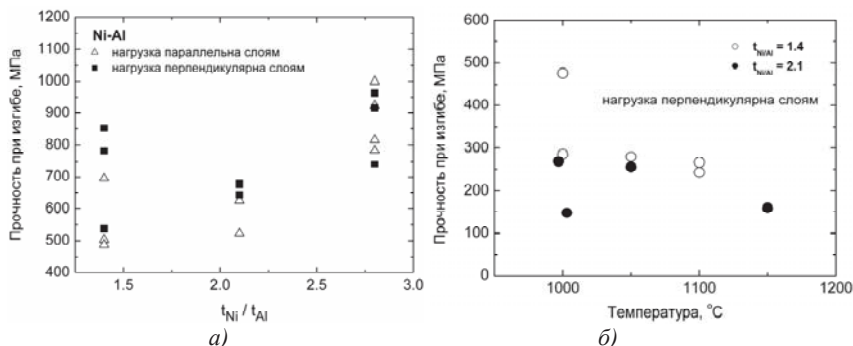


Рис. 2. Прочность Ni-Al композитных образцов при трехточечном изгибе. а) зависимость прочности от исходного отношения t_{Ni}/t_{Al} , образцы испытаны при комнатной температуре с различным направлением приложения нагрузки относительно структуры; б) зависимость прочности от температуры с различными отношениями t_{Ni}/t_{Al} (указано в поле графика). Направления приложения нагрузки относительно слоев структуры указаны на графиках.

Из пластин композитного материала на электроэрозионном станке вырезались образцы в форме стержней прямоугольного сечения, которые испытывались при комнатной и высоких температурах, результаты испытаний приведены на рис. 2. Учитывая анизотропию материалов, направление нагрузки при испытаниях выбиралось в двух взаимоперпендикулярных направлениях: параллельно и перпендикулярно плоскости слоев.

1. Б.А. Гринберг, М.А. Иванов. Интерметаллиды Ni_3Al и $TiAl$: микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург, УрО РАН, 2002, 360 с.
2. Ю.Р. Колобов, Е.Н. Каблов, Э.В. Козлов, Н.А. Конева, К.Б. Поварова, Г.П. Грабовецкая, В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, С.А. Мубояджян, С.А. Будиновский. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанокластерным упрочнением. М., Издательский дом МИСиС, 2008, 328 с.
3. T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian, and L. Kacprzak, Eds. Binary Alloy Phase Diagrams. The Mater. Inform. Soc., 2nd Ed., Ohio: Materials Park, 1992.
4. В.П. Коржов, В.М. Кийко Т.С. М.И. Карпов. Структура многослойного композита Ni/Al-микрокомпозита, полученного диффузионной сваркой. Материаловедение, 2011, 12, 34-37.
5. М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.М. Кийко, Д.В. Прохоров А.Н. Толстун. Влияние термообработки под давлением на структуру слоистых композитов Ni/Al. Перспективные материалы, 2011, 13, 704-711.

Формирование наноразмерных структур Ti для элементов нанoeлектроники методом фокусированных ионных пучков

И.Н. Коц¹, А.С. Коломийцев¹, С.А. Лисицын¹

1 Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета, г. Таганрог, ул. Шевченко 2, Россия

В настоящее время основной тенденцией развития микро- и нанoeлектроники является уменьшение размеров функциональных элементов, сопровождающееся снижением их энергопотребления и повышением быстродействия [1]. Перспективным направлением развития нанoeлектроники является металлическая нанoeлектроника, в основе которой лежит формирование квазиодномерных структур на тонких пленках металлов. Физические ограничения традиционных технологических процессов микроэлектроники существенно затрудняют процесс формирования элементов с нанометровыми размерами, поэтому активно развиваются новые методы наноструктурирования, такие как электронно-лучевая литография, нанопечатная литография и ионно-лучевая литография фокусированным ионным пучком (ФИП).

Целью данной работы является исследование режимов наноразмерного профилирования поверхности структур Si/SiO₂/Ti фокусированным ионным пучком галлия для формирования элементов нанoeлектроники.

В данной работе исследования режимов наноразмерного профилирования производились с использованием растрового электронного микроскопа с системой ФИП Nova NanoLab 600 (FEI Company, Нидерланды), а исследование параметров сформированных наноструктур на сканирующей зондовой нанолаборатории Ntegra Vita (ЗАО «НТ-МДТ», Россия).

Методика проведения экспериментальных исследований заключалась в следующем: на оксиде кремния методом магнетронного распыления формировалась пленка титана толщиной 10 нм. Далее методом ионно-лучевого травления ФИП по растровому графическому шаблону на поверхности тонкой пленки были сформированы массивы наноразмерных углублений при различных параметрах ионно-лучевого воздействия (рис. 1,а). Ускоряющее напряжение пучка ионов галлия составило 30 кэВ, ток ионного пучка варьировался в пределах от 1 пА до 0,3 нА, время воздействия ионного пучка в точке – от 600 мкс до 4,6 мс. В результате установлено, что при времени воздействия равном 600 мкс и минимальном токе пучка 1 пА формируются отверстия минимального диаметра.

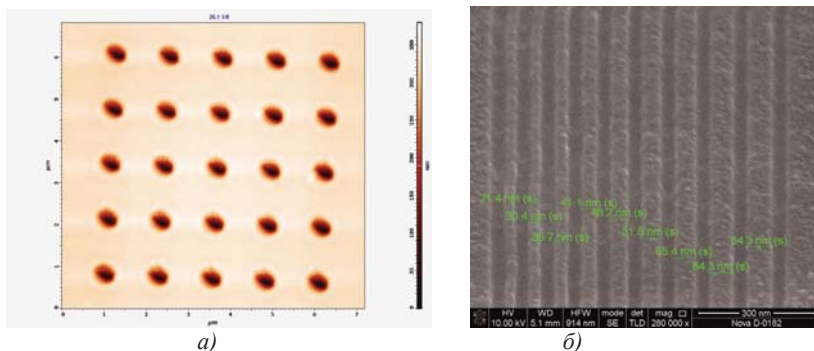


Рис. 1. АСМ изображение массива точек, сформированных методом ФИП(а); РЭМ изображение наноразмерных каналов, сформированных методом ФИП(б)

На следующем этапе экспериментальных исследований методом ФИП был сформирован массив линий с переменным расстоянием с целью определения минимальной ширины каналов проводимости при различных режимах ионно-лучевого травления. Установлено, что канал с минимальной шириной, равной 21,4 нм формируется при токе ионного пучка 1 пА и глубине травления 50 нм.

На основе полученных результатов методом локального травления ФИП были сформированы структуры металлической наноэлектроники, представляющие собой наносужения шириной от 225 нм до 7,8 нм, соединенные контактными площадками. Исследования электрических параметров сформированных структур производились методом АСМ в режиме отображения сопротивления растекания. Анализ полученных результатов показал, что в структуре с шириной канала 225 нм величина тока справа и слева от канала проводимости совпадает, соответственно канал не оказывает большого влияние на проводимость структуры. При исследовании структуры с шириной канала 7,8 нм ток слева от канала совпадает с током, протекающим по остальной поверхности пленки, а ток справа оказался ниже.

Таким образом, в работе определены закономерности влияния режимов наноразмерного профилирования Si/SiO₂/Ti методом ФИП на параметры наноструктур, сформированы структуры металлической наноэлектроники, подтверждающие, что канал проводимости шириной 7,8 нм обладает сопротивлением большим, чем у остальной пленки, что оказывает влияние на токопрохождение через структуру.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-07-31162 мол_a

1. О.А. Ageev, А.С. Kolomiitsev, В.Г. Konoplev, Semiconductors vol.45, №13 (2011), pp. 89-92.

Исследование влияния концентрации наночастиц Sn на структурные и электрические свойства композитных пленок поли-п-ксилилена

Е.П. Криничная¹, И.В. Клименко¹, С.А. Завьялов², Т.С. Журавлева¹

¹ ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,
119334, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Россия

² ФГБУН Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
123182, Москва, пл. Академика Курчатова, 1, Россия

Нанокompозитные пленки ППК+Sn получены методом ГПП - полимеризацией из газовой фазы на поверхности (криогенный режим). Метод заключается в совместном осаждении паров металла и мономера (*n*-ксилилена) на охлаждаемую (77 К) подложку (кремний, оптический кварц), в результате которого образуется метастабильный конденсат из бирадикалов мономера и атомов Sn. В процессе нагрева конденсата до комнатной температуры происходит полимеризация матрицы [1,2]. Методом сканирующей атомно-силовой микроскопии (АСМ) исследованы структурные изменения и морфология поверхности поли-*n*-ксилиеновой (ППК) матрицы в зависимости от концентрации наночастиц Sn и изучены электрические свойства в температурном интервале 15÷300 К.

На АСМ изображениях видно, что элементами структурной организации поверхности являются сферолиты с характерными размерами ~150÷280 нм (**Рис. 1**). Результаты количественного анализа шероховатости поверхности полимерных пленок ППК+Sn, полученные с использованием стандартной программы Scan master для морфологического анализа поверхности, показали, что с увеличением концентрации Sn от 4 до 10 об. %

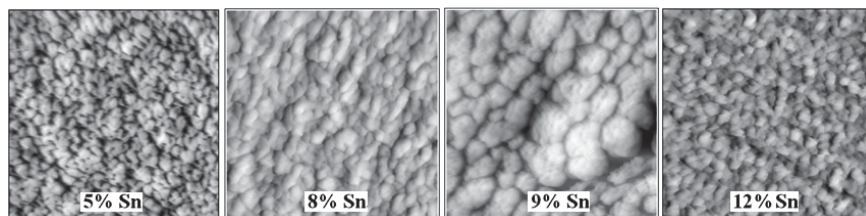


Рис. 1. АСМ изображения поверхности пленок ППК+Sn на кремниевых подложках. Влияние концентрации наночастиц Sn (в об. %) на морфологию поверхности нанокompозитных полимерных пленок. Размеры кадров: 5х5 мкм.

наблюдается возрастание значений среднеквадратичной шероховатости с последующим уменьшением при концентрации 12 об. %. Т.е. концентрации ~9÷10 об. % являются критическими для модификации поверхности нанокompозитных пленок.

На **Рис. 2а** приведена зависимость электрического сопротивления нанокompозитов ППК+Sn в вакууме при комнатной температуре от концентрации Sn. При изменении C наночастиц металла от 4 до 12 об. % происходит резкое уменьшение сопротивления пленок $R(C)$ при комнатной температуре на 11 порядков. Сопротивление пленок из чистого Sn ($C=100$ об.%) больше на 7 порядков сопротивления композитов ППК-Sn ($C=12$ об. %).

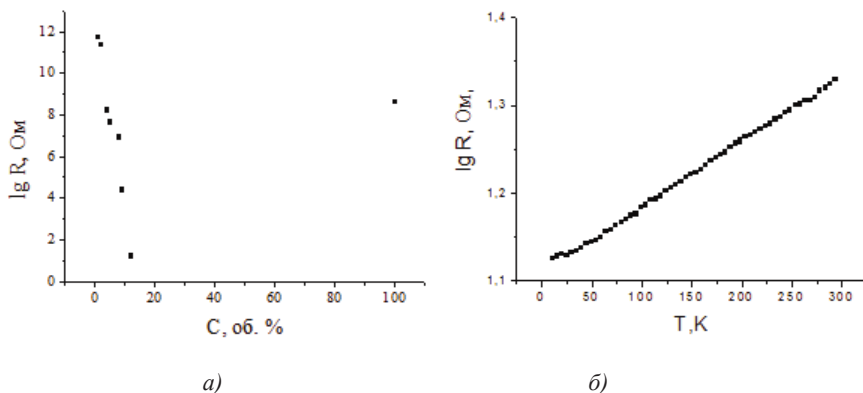


Рис. 2. Зависимость сопротивления (R) пленок Sn и ППК+Sn от концентрации наночастиц 4÷12 об. %, $T=300\text{K}$ (а) и зависимость (R) для ППК+Sn с концентрацией 12 об. % от температуры T (б).

Следует отметить, что для ППК+Sn с концентрацией наночастиц 12 об.% сопротивление пленки монотонно уменьшается от 300 К до 15 К, как и в металлах (**Рис. 2б**). Для нанокompозита ППК+Sn с концентрацией Sn, равной 9 об. %, и чистого Sn наблюдается монотонное увеличение сопротивления с изменением температуры от 300 К до 15 К, что характерно для полупроводников.

Полученные нанокompозитные пленки ППК+Sn могут представлять интерес для практического использования в микроэлектронике.

1. Zavyalov, A.Pivkina, J.Schoonmam. // Solid State Ionics, 2002, v. 147, p. 415.
2. Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев, Т.С. Журавлева. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, №1, с. 28-36.

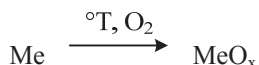
Морфологические особенности термически напыленных пленок олова и его оксида по данным растровой микроскопии

О.Н. Куданович, С.В. Денисюк, Э.Э. Колесник

*1 Институт физики НАН Беларуси,
220072, г. Минск, пр. Независимости, 68, Беларусь*

Оксид олова – наиболее распространенный материал в газовой микро-сенсорике [1]. Существует достаточно много способов получения этого материала как химическими методами (золь-гель технология, CVD-метод) так и с помощью вакуумных технологий (реактивное ионно-плазменное напыление, ионно-лучевое напыление, магнетронное распыление). Последние наиболее предпочтительны вследствие своей высокой чистоты и простоты воспроизведения [2].

В данной работе представлены данные по получению и исследованию с помощью растровой электронной микроскопии пленок олова на поверхности γ - Al_2O_3 и их термическому окислению в кислородсодержащей атмосфере. Выбор материала подложки обусловлен его высокотемпературной стабильностью свойств и перспективностью применения в изготовлении датчиков газового анализа [3, 4]. Способ получения пленки оксида по схеме



наиболее предпочтителен с точки зрения простоты реализации, универсальности, воспроизводимости параметров при изготовлении приборов в серийном производстве.

Как показали экспериментальные исследования, при термическом испарении навески олова, получение сплошных пленок заданной толщины олова на поверхности подложки из γ - Al_2O_3 сопряжено с некоторыми трудностями. Как видно из рисунка 1а, сформированная терморезистивным испарением пленка состоит из островков неправильной формы различной величины и при толщине 0,2 – 0,4 мкм имеет сопротивление более 10 кОм. Для применения в качестве сенсорных слоев такие высокоомные пленки не пригодны, поскольку при последующем их окислении сопротивление оксидной пленки достигает единиц МОм. Для получения сплошных пленок олова с заданными параметрами было использовано охлаждение подложки до и в процессе напыления хладагентом, в качестве которого выступал жидкий азот. Морфология полученных таким методом пленок Sn и его термического оксида SnO_2 представлена на рисунке 1 б, в. Как видно из рисунка 1б, пленки олова являются сплошными, электрическое сопротивление

ние существенно ниже, чем в в случае проведения процесса без охлаждения. Отметим, что величина сопротивления являлась также контрольным показателем завершенности процесса напыления.

Для образования пленок сплошных пленок оксида олова при термическом окислении, нагрев и окисление выполнены ступенчато на атмосфере со скоростью подъема температуры $2^{\circ}\text{C}\cdot\text{мин}^{-1}$ до 150°C с выдержкой при данной температуре один час. Затем с такой же скоростью температура повышалась до 250°C и при этой температуре образец выдерживался также один час. Визуально наблюдалось изменение цвета пленки за счет образования тонкой пленки оксида олова без существенного изменения морфологии пленок. Полученная таким образом пленка SnO_2 имеет кристаллическую решетку типа «рутил» (ASTM 5-467) и обладает электропроводностью, величина которой сопоставима с аналогами в виде порошков и толстых пленок.

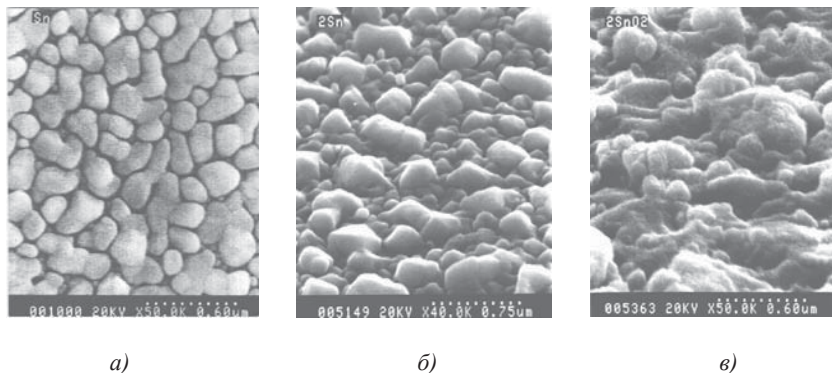


Рис. 1. Изображения РЭ: а) островковая пленка олова; б) пленка олова, полученная с охлаждением жидким азотом конденсацией; в) термический оксид олова

1. Q. Wu, K.M. Lee, C.C. Liu. *Sensors and Actuators B* (1993), 13 – 14, 1 –6.
2. Дж. Зимел. *Приборы для научных исследований*, 1990, 6, 3 – 30.
3. Н.И. Мухуров, Г.И. Ефремов, О.Н. Куданович. *Устройства микромеханики и микросенсоры на нанопористом оксиде алюминия*, Минск, 2005, 112 с.
4. А. Я. Хайруллина, Т. В. Ольшанская, О. Н. Куданович, Д. С. Филимоненко. *Оптика и спектроскопия*, 2012, 112, 776 – 782.

Изучение морфологии конденсированных продуктов, образующихся в результате взаимодействия излучения СО₂-лазера с кристаллическим оксидом алюминия в атмосфере нейтрального газа

М.Н. Ларичев¹, А.М. Величко¹, Г.Е. Беляев², А.И. Никитин¹, А.С. Осокин^{1,3}, В.В. Артемов⁴

¹ *Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л.Тальрозе РАН, Москва, Ленинский проспект, 38, кор.2, Россия*

² *Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Ижорская ул., 13, стр.2, Россия,*

³ *МГУ им. М.В.Ломоносова, Физический факультет, Ленинские горы, 1, стр.2, Москва, Россия;*

⁴ *Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, Ленинский проезд, 59, Москва, Россия*

Изучение механизмов процесса формирования конденсированной фазы при взаимодействии мощного лазерного излучения с оксидом алюминия представляет большой научный интерес, поскольку переход молекул Al_2O_3 в паровую фазу происходит при высоких (выше 3500°С) температурах и сопровождается их разрушением. Получаемая информация относится к экстремальным состояниям вещества. Эти процессы также широко используются современными высокими технологиями для синтеза новых объектов, включая нанобъекты, и при нанесении на рабочие поверхности изделий покрытий с заданными технологическими свойствами.

В работе с помощью метода РЭМ и атомно-силовой микроскопии были исследованы конденсированные продукты, образующиеся при нагреве излучением импульсного СО₂ лазера высокой мощности (4 Дж/имп., $\lambda=10.6$ мкм, $\tau=1.5$ мкс) поверхности сапфировой мишени. Облучение мишени, связанные с ним процессы абляции Al_2O_3 и конденсация продуктов абляции протекали в глубоком вакууме или в контролируемой газовой атмосфере (воздух, O₂, Ar, He, H₂) в статических или динамических условиях. Результаты свидетельствуют, что протекание процессов абляции и конденсации зависит, при прочих равных условиях, от состава газовой среды, в которой происходит облучение мишени. Конденсированные продукты оседали на горизонтально и вертикально установленную диагностическую поверхность образцов-свидетелей, ориентированных заданным образом по отношению к лазерному факелу, а также собирались на фильтры, установленные на пути газового потока. Данные микроскопического анализа дополня-

лись результатами оптической пространственно-временной спектроскопии (ОПВС) среды лазерного факела. Используя метод ОПВС диагностический комплекс, позволял идентифицировать продукты абляции, определять их пространственное распределение в факеле и изучать эволюцию факела во времени и пространстве. Оптические спектры и изображения отдельных частиц регистрировались высокоскоростными электронно-оптическими камерами K008 (однокадровый режим и режим линейной развертки изображения) и K011 (9-кадровый режим) производства “BIFO Company” (Москва, Россия), покрывавшими диапазон 400 - 800 нм. Работа проводилась на специально сконструированном лазерном стенде [1].

Микроскопический анализ частиц и их следов, обнаруживаемых на диагностических поверхностях образцов-свидетелей и на фильтрах, позволяет идентифицировать вид и форму этих частиц, а так же природу их образования: выброс частиц из перегретой массы лазерного кратера или конденсация в объеме над мишенью газообразных продуктов абляции.

Среди обнаруженных продуктов конденсации следует отметить полые сферы микронного и субмикронного размера (рис.1), наночастицы и регулярные пространственно подобные структуры, а также пленки столбчатой структуры, образующиеся на поверхности образца свидетеля и следы от ударов о поверхность жидких капель Al_2O_3 (рис.2).

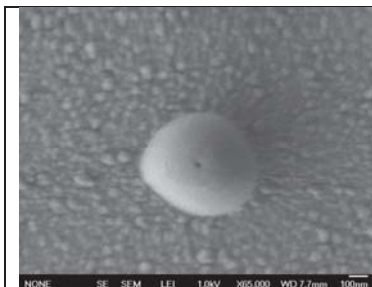


Рис.1. РЭМ микрофотография поверхности кремневого образца-свидетеля, покрытой наночастицами оксида алюминия, и с лежащей сверху полый микрокапселей.

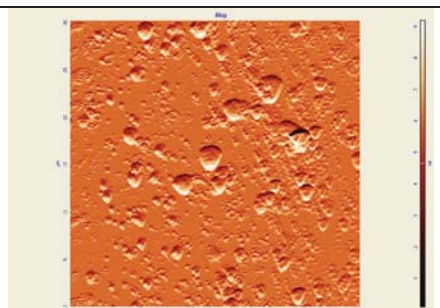


Рис.2. АТС микрофотография поверхности стеклянного образца-свидетеля со следами от ударов жидкими частицами оксида алюминия.

Работа выполняется при частичной финансовой поддержке Проекта РФФИ № 13-03-00992 и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН №1.

1. М.Н.Ларицев, А.М. Величко, Г.Е. Беляев, А.И. Никитин, А.С. Осокин, П.П. Барашев, Е.И.Школьников, И.В.Янилкин, Известия РАН (физика), 2016, (в печати).

Определение кинетических параметров вылетающих из лазерного кратера микрочастиц, по следам, оставляемым ими на поверхности образцов-свидетелей.

М.Н. Ларичев¹, А.М. Величко¹, Г.Е.Беляев², А.И.Никитин¹, А.С.Осокин^{1,3},
В.В.Артемов⁴

¹ *Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л.Тальрозе РАН,
Москва, Ленинский проспект, 38, кор.2, Россия*

² *Объединенный институт высоких температур РАН,
Москва, Изжорская ул., 13, стр.2, Россия,*

³ *МГУ им. М.В.Ломоносова, Физический факультет,
Ленинские горы, 1, стр.2, Москва, Россия;*

⁴ *Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН,
Ленинский проезд, 59, Москва, Россия.*

Исследование процессов образования конденсированной фазы, протекающих при взаимодействии лазерного излучения высокой мощности с веществом, имеет большое фундаментальное и прикладное значение. Детальное понимание физики протекающих процессов позволит совершенствовать и развивать технологии по синтезу новых частиц, в том числе нанообъектов, и нанесение покрытий с заданными технологическими свойствами. При выполнении работы был использован лазерный стенд, описание которого представлено в [1].

В ходе эксперимента поверхность мишени из оксида алюминия облучалась высокоэнергетическими импульсами CO₂-лазера с длиной волны 10,6 мкм и длительностью 1,5 мкс. Для оценки параметров вылетающих из лазерного кратера микрочастиц в реакционной камере помещались образцы-свидетели из полированного кремния, установленные параллельно лазерному лучу на известном расстоянии от него перпендикулярно плоскости мишени. После проведения эксперимента проводился анализ поверхности образца-свидетеля при помощи сканирующего электронного микроскопа (JSM-7401F) в расположенных определенным образом точках. Положение анализируемых точек представлено на рис.1. Ось лазерного кратера располагалась напротив вертикали 1. На полученных микроснимках (рис.2) можно наблюдать, что на поверхности кремниевой пластинки обнаруживается большое количество следов от соударения жидких частиц. Они имеют различные размеры (0.02 – 2 мкм) и различную форму, прежде всего, круги, эллипсы, стекающие капли и «серповидные» микрочастицы. Форма следов

зависит от траектории движения частиц в момент столкновения с поверхностью образца-свидетеля.

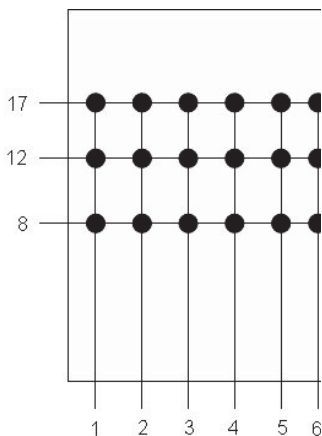


Рис. 1. Расположение точек, по которым проходил анализ поверхности образца-свидетеля.



Рис. 2. Микроснимок поверхности образца-свидетеля из полированного кремния.

По полученным микроснимкам, были построены гистограммы распределения частиц от их размера, распределение частиц по расположению точек на поверхности образца-свидетеля, распределение частиц от углов, под которым они достигают поверхность образца-свидетеля. Исходя из этого, были оценены времена полета ($t = 0.04 - 0.05$ с), начальные скорости ($V = 0.4 - 0.5$ м/с) и углы вылета частиц ($70^\circ - 80^\circ$) из лазерного кратера.

Работа выполняется при частичной финансовой поддержке Проекта РФФИ № 13-03-00992 и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН №1.

1. М.Н. Ларичев, А.М. Величко, Г.Е. Беляев, А.И. Никитин, А.С. Осокин, П.П. Барашев, Е.И. Школьников, И.В. Янилкин, Известия РАН (физика), 2016, (в печати)

Анализ гетероструктур на основе оксидов цинка и меди методами РЭМ и АСМ

Н. А. Лашкова¹, А. А. Бобков¹, А. И. Максимов¹, В. А. Мошников^{1,2},
Н. В. Пермяков¹, П. А. Сомов³

¹ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет
«ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

² Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого

³ ЗАО «Светлана-Рост»

Оксидные материалы *n*-типа проводимости давно и успешно применяется для создания газовых сенсоров [1]. Уменьшение размеров активных элементов сенсоров на основе ZnO до нанометровых открывает возможности для существенного улучшения их сенсорных свойств по сравнению с макромасштабными аналогами [2].

Перспективным направлением использования оксидных материалов является гетероструктурная солнечная энергетика. Одной из разновидностей таких структур, имеющих высокую эффективность, являются НИТ (тандемные гетеропереходные тонкопленочные солнечные элементы) [3], а также гетероструктуры на основе двух оксидных полупроводников [4].

Композитные структуры для солнечных элементов требуют новых подходов к их формированию. В качестве наиболее перспективных методов получения следует считать золь-гель метод [5], гидротермальный синтез [6], спрей-пиролиз и др. Также для синтеза структур совмещают несколько технологических методов [7].

В нашей работе были получены гетероструктуры на основе оксидов цинка и меди; для синтеза оксида цинка применялось химическое осаждение из газовой фазы при пониженном давлении, а для синтеза оксида меди – спрей-пиролиз. На первом этапе были получены легированные бором пленки ZnO на стеклянных подложках методом LPCVD. На втором этапе на полученные слои оксида цинка методом спрей-пиролиза наносился слой CuO. Были сформированы гетероструктуры, отличающиеся толщиной слоя CuO.

Полученные образцы исследовались с помощью растрового электронного микроскопа TESCAN MIRA LMU с катодом Шоттки (рис 1, а). Было установлено, что толщина пленки ZnO ~1 мкм.

Затем исследования проводились в сканирующем зондовом микроскопе NTegra Thermo с использованием зондовых датчиков DCP11 (алмазоподобное покрытие; радиус закругления острия ~100 нм). На рис 1, б представлена АСМ-морфология гетероструктуры размером 50 мкм × 50 мкм.

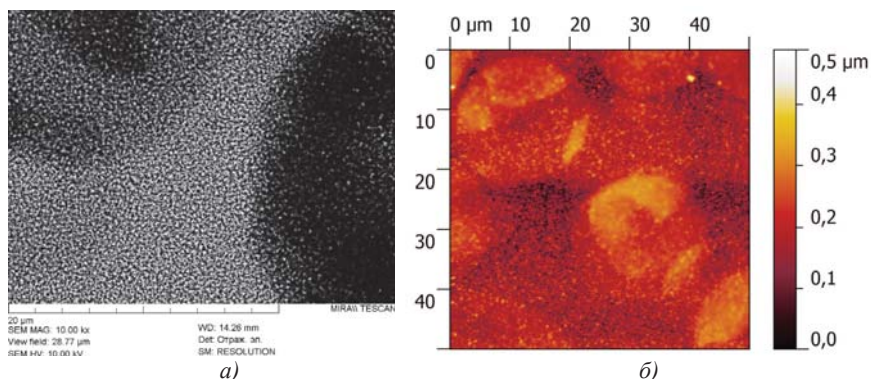


Рис. 1. Изображения морфологии гетероструктуры CuO/ZnO (время осаждения слоя CuO – 1 мин): а) РЭМ-изображение; б) АСМ-изображение.

На РЭМ-изображении, полученном при ускоряющем напряжении 10 кВ, светлые области соответствуют слою ZnO, а темные – CuO (рис 1, а). Изображение АСМ-топографии (рис 1, б) в целом соответствует результатам электронной микроскопии.

В работе обсуждаются свойства полученных гетероструктур, которые были исследованы различными методиками АСМ: силовой микроскопией пьезоотклика, микроскопией зонда-Кельвина, сканирующей емкостной микроскопией. [8]

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №14-12-00327).

1. С.С. Карпова, В.А. Мошников, А.И. Максимов, Н.Е. Казанцева. ФТП, 2013, 47, 8, 1022–1026.
2. Т.В. Пешкова, Д.Ц. Димитров, С.С. Налимова, И.Е. Кононова, Н.К. Николаев, К.И. Папазова, А.С. Божина, В.А. Мошников, Е.И. Теруков. ЖТФ, 2014, 84, 5, 143–148.
3. А.В. Саченко, Ю.В. Крюченко, А.В. Бобыль, В.П. Костылев, Е.И. Теруков, Д.А. Богданов, И.Е. Панайотти, И.О. Соколовский, Д.Л. Орехов. Письма в ЖТФ, 2015, 41, 10, 42–49.
4. Ш.Р. Адильов, М.Е. Кумекоев, С.Е. Кумекоев, Е.И. Теруков. ФТП, 2013, 47, 5, 642–643.
5. А.А. Бобков. Молодой учёный, 2014, 7, 115–118.
6. П.А. Сомов, А.И. Максимов. Молодой учёный, 2014, 8, 255–259.
7. Х.А. Абдуллин, Н.Б. Бакранов, Д.В. Исмаилов, Ж.К. Калкозова, С.Е. Кумекоев, Л.В. Подрезова, G. Cicero. ФТП, 2014, 48, 4, 487–491.
8. Н.В. Пермяков. Молодой учёный, 2015, 3, 47–51.

Микроструктурные исследования инструментальной стали HS6-5-2C после атмосферного плазменного азотирования косвенной дугой

Я.С. Лизункова¹, А.И. Смирнов², А.В. Фелюфьянова², Т. Хассель¹

¹ *Institute of Materials Science, Leibnitz University Hannover, An der Universität 2, 30823, Garbsen, Germany*

² *ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет», 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, Россия*

Поверхностное упрочнение инструментальных сталей методами химико-термической обработки позволяет существенно увеличить износостойкость и ресурс инструмента. Одним из эффективных методов ХТО является азотирование, в результате которого увеличивается износостойкость поверхности режущих и формообразующих инструментов, снижаются коэффициент трения и склонность к образованию усталостных трещин. Однако традиционное азотирование имеет ряд недостатков, среди которых наиболее значимыми являются большая продолжительность процесса и невозможность проведения локального насыщения без применения защитных обмазок [1, 2]. Разработанный нами метод локального поверхностного насыщения азотом – атмосферного плазменного азотирования (APN) лишен упомянутых недостатков и позволяет за короткое время обрабатывать локальные участки высоконагруженных частей, например, деформирующих поверхностей штампового инструмента [3, 4].

Цель данной работы заключалась в исследовании структуры и свойств поверхностного слоя высоколегированной инструментальной стали HS6-5-2C после атмосферного плазменного азотирования с использованием косвенной дуги. Особый интерес представляло изучение характера распределения азота в поверхностном слое после обработки. Анализ структуры осуществляли с использованием растрового электронного микроскопа SUPRA 40 VP Carl Zeiss с энергодисперсионным анализатором фирмы Bruker.

Проведенные структурные исследования показали, что при атмосферном плазменном азотировании в поверхностном слое стали HS6-5-2C происходит формирование упрочненного слоя толщиной 30 мкм, при этом зона термического влияния достигает 1500 мкм (рис. 1 а). В упрочненном слое можно выделить две области. Ширина первой составляет около 3 мкм. Согласно результатам микрорентгеноспектрального анализа в

ней наблюдается максимальное содержание азота (рис. 1 б). Для второй области упрочненного слоя шириной 20 - 25 мкм характерно наличие большого числа карбидов, некоторые из которых частично растворились в матрице. Концентрация азота при удалении от первой области постепенно уменьшается.

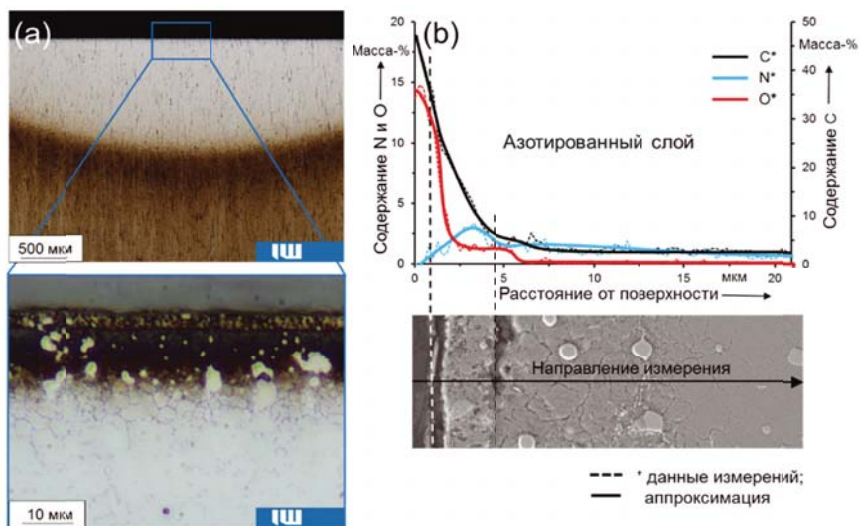


Рис. 1. Строение упрочненных методом APN приповерхностных слоев стали HS6-5-2C (а) и распределение химических элементов в поверхности стали (б).

Литература:

1. D. Liedtke, Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen, fifth ed., Expert-Verl., Renningen, 2010.
2. C. Weist, H. Westheide, K. Lange, Application of Chemical and Physical Methods for the Reduction of Tool Wear in Bulk Metal Forming Processes, CIRP Annals-Manufacturing Technology, 35 (1986) 1, 199–204
3. T. Hassel, C. Birr, F.W. Bach, Surface zone modification by atmospheric plasma-nitriding (APN) with the aid of the transmitted plasma-arc. J. Key Eng. Mat. 438 (2010) 147–154/
4. M. Schaper, Y. Lizunkova, M. Vucetic, T. Cahyono, H. Hetzner, S. Opel, J. Schneider, T. Koch, B. Plugge, Sheet-bulk Metal Forming a New Process for the Production of Sheet Metal Parts with Functional Components, J. Metallurgical and Mining Industry, 3 (2011) 7, 53–58.

Трехмерная реконструкция поверхности по данным РЭМ

А.А. Михуткин¹, В.Б. Митюхляев², Т.Н. Баймухаметов^{1,3},
Д.А. Карабанов², В.П. Гавриленко², А.Ю. Кузин², П.А. Тодуа²,
М.Н. Филиппов², А.Л. Васильев^{1,4}

¹ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
123182 Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1

² Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума,
119421 Россия, Москва, ул. Новаторов, д. 40, корпус 1, этаж 2

³ Московский физико-технический институт (государственный университет),
141700 Россия, Московская область, г. Долгопрудный, Институтский переулок, д. 9

⁴ Институт кристаллографии РАН, 119333 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 59

В работе исследованы показатели точности измерений параметров профиля структур, содержащих выступы трапецеидальной формы в монокристаллическом кремнии, методом трехмерной реконструкции по изображениям, полученным в растровом электронном микроскопе (РЭМ) [1]. Метод основан на получении стереопары изображений в РЭМ (съемка объекта, наклоненного под разными углами (1–20°)) и реконструкции по полученным изображениям поверхности объекта.

Для исследования характеристик трехмерной реконструкции по РЭМ-изображениям использовалось два тестовых образца, имеющих рельефную структуру, сформированную на подложке из монокристаллического кремния электронного качества: образец 1, изготовленный методом фотолитографии с последующим анизотропным травлением, благодаря чему образовавшиеся выступы имели трапецеидальную форму, и аналогичный образец 2, прошедший дополнительную процедуру плазменной обработки. Выяснилось, что плазменная обработка создает на поверхности второго образца дополнительные контрастные элементы с латеральными размерами порядка 10 нм. Трехмерная реконструкция поверхности объектов 1 и 2 представлена на Рис. 1 (а) и (в), соответственно, а их профили, полученные усреднением по 1000 реконструируемых профилей, - на Рис. 1 (б) и (г), соответственно. Показано, что среднее значение высоты выступов, полученное методом трехмерной реконструкции по РЭМ-изображениям, отличается от данных измерений на атомно-силовом микроскопе (АСМ) (563 нм) на 13 нм (2,3%) для образца 1, в то время как для образца 2 полученные значения совпадают в пределах погрешности АСМ-метода (4 нм). Улучшение точностных показателей для образца 2 можно объяснить образованием в результате дополнительной плазменной обработки образца 2 морфологических особенностей его поверхности в виде контрастных элементов, повы-

шающих точность трехмерной реконструкции по РЭМ-изображениям. Среднеквадратическое отклонение результатов измерений высоты выступов при трехмерной реконструкции составило 8 нм и 2,2 нм для образцов 1 и 2, соответственно.

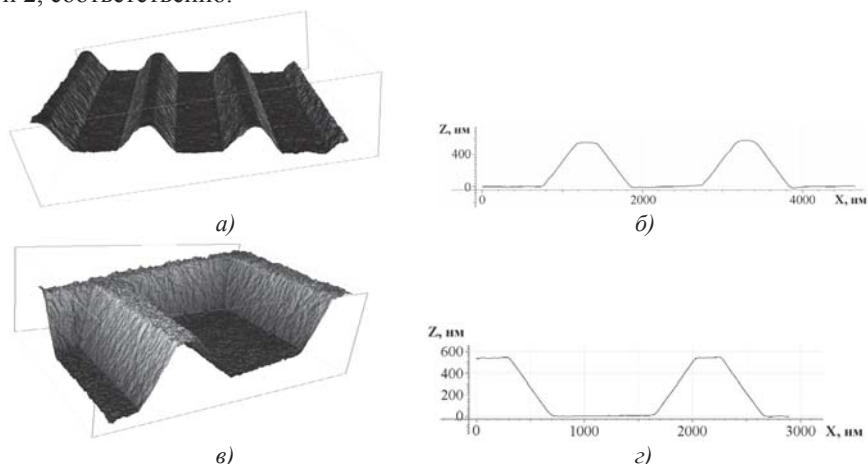


Рис. 1. а) трехмерная реконструкция поверхности образца 1 по РЭМ-стереоизображениям; б) усредненный профиль реконструированной поверхности образца 1; в) трехмерная реконструкция поверхности образца 2 по РЭМ-стереоизображениям; г) усредненный профиль реконструированной поверхности образца 2

1. А.А. Михуткин, А.Л. Васильев. Кристаллография, 2014, 59, 999–1007.

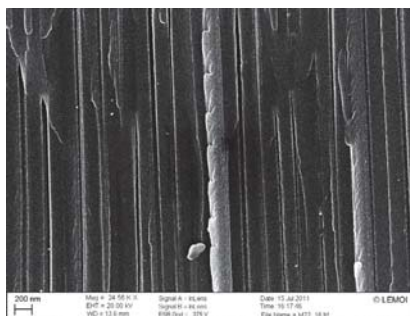
Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014–2020 годы» (соглашение № 14.576.21.0027, уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) RFMEFI57614X0027).

Исследование структуры и магнитных характеристик нанопроволок систем NiFe/Cu, Co/Cu, FeNi

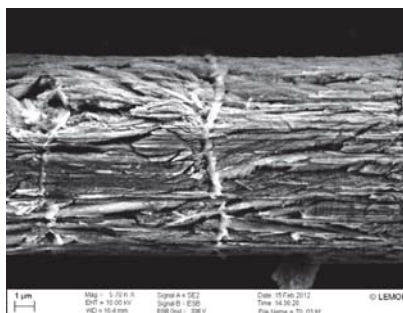
Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, А.В. Дубинец, М.Е. Стеблій, В.С. Плотников.

*ФГАОУ ВПО «Дальневосточный федеральный университет»,
690950, г. Владивосток, ул. Суханова 8, Россия*

В работе исследована структура и магнитные свойства многослойных проволок систем NiFe/Cu, Co/Cu, FeNi. Широкий интерес к изучению подобных структур обусловлен возможностью их использования в качестве магнитных носителей данных с высокой плотностью записи [1], GMR датчиков [2], биоманитных [3,4] и медицинских [5] устройств. Массивы проволок были получены методом электролитического осаждения в матрицу пористого оксида алюминия (AAO) (Рис. 1 а). Одной из главных целей исследования нанопроволок, и в первую очередь многослойных, заключалась в реализации эффекта гигантского магнитосопротивления в так называемой CPP-геометрии (электрический ток перпендикулярен границам раздела слоев в многослойной структуре). Были проведены SEM/FIB исследования различных проводов, с диаметром от 20 нм до 10 мкм, которые подтвердили периодичность чередования слоев меди в нанопроволоках сплавов NiFe/Cu, Co/Cu, FeNi (Рис. 1 б). Чем ближе магнитные слои, тем сильнее магнитостатическое взаимодействие, которое стремится выстроить все магнитные моменты в плоскости, антипараллельно друг другу. При этом становится тяжелее перемагнитить проволоку вдоль оси легкого намагничивания, о чем свидетельствует рост коэрцитивной силы (Рис. 2 а, б). С уменьшением толщины так же меняется петля, полученная при приложении поля вдоль длинной стороны проволоки. Видно, что петля схлопывается, то есть в отсутствие внешнего поля отсутствуют магнитные моменты, ориентированные вдоль проволоки. Было установлено, что в исследованных нанопроволоках, из-за малой толщины слоев CoNi и большей прослойки Cu, ось легкого намагничивания лежит в направлении перпендикулярном длинной стороне проволоки. Мы показали, что режим перемагничивания для нанопроволок систем NiFe/Cu, Co/Cu, FeNi зависит от толщины магнитного слоя. Межслоевое магнитостатическое взаимодействие стремится выстроить намагниченность в соседних слоях антипараллельно. В исследованном диапазоне толщин увеличение магнитостатического взаимодействия приводит к значительным количественным изменениям, тогда как качественно процессы не меняются. Работа выполнена при поддержке «Научного Фонда» ДВФУ, РФФИ №15-02-06545 и госзадания №559.

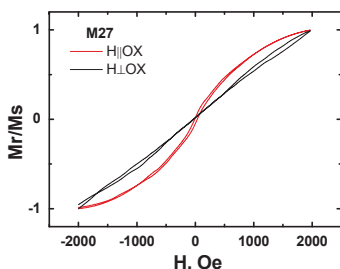


а)

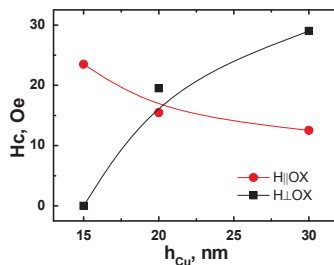


б)

Рис. 1. СЭМ изображения (Carl Zeiss Ultra 55): а) нанопроволока в оксидной матрице, б) боковая поверхность микропровода Co/Cu.



а)



б)

Рис 2. а) Петли магнитного гистерезиса для образца NiFe/Cu, полученные при приложении поля вдоль и поперек длинной стороны проволоки, б) Суммарная зависимость поведения коэрцитивной силы от толщины медной прослойки.

1. Albrecht M., Moser A, Rettner CT, Anders S, Thomson T, Terris BD. (2002). Writing of high-density patterned perpendicular media with a conventional longitudinal recording head. Appl.Phys. Lett. 2002; 80: 3409-3413.
2. Nasirpour F, Southern P, Ghorbani M, Alraji Zad, Schwarzacher W. GMR in multilayered nanowires electrodeposited in track-etched polyester and polycarbonate membranes. JMMM 2007; 308: 35-39.
3. Hultgren, A, Tanase M, Chen CS, Meyer GJ, Reich DH. Cell manipulation using magnetic nanowires. J. Appl. Phys.2003; 93: 7554 – 7556.
4. Reich DH, Tanase M, Hultgren A, Bauer LA, Chen CS, Meyer GJ. Biological applications of multifunctional magnetic nanowires. J. Appl. Phys.2003; 93: 7275–7280.
5. McGary PD, Tan L, Zou J, Stadler B, Downey PR, Flatau AB. Magnetic nanowires for acoustic sensors. J. Appl. Phys. 2006; 99: 08B310.

Анализ элементного состава и микроструктуры фтор-ионных проводников $\text{La}_{1-y}\text{Sr}_y\text{F}_{3-y}$

В.И. Николайчик¹, Б.П. Соболев², А.С. Авилов²

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

² *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Ленинский пр-т 59, Россия*

Фтор-ионные проводники $\text{La}_{1-y}\text{Sr}_y\text{F}_{3-y}$ со структурой типа тисонита (LaF_3) в области составов $0 < y \leq 0.15$ обладают одними из самых высоких значений ионной проводимости при комнатной температуре, что привлекает к ним научный и практический интерес. Зависимость проводимости $\text{La}_{1-y}\text{Sr}_y\text{F}_{3-y}$ от содержания щелочноземельного элемента немонотонна: увеличивается до определенного значения y , далее уменьшается. Причины такого поведения до настоящего времени были неизвестны.

В данной работе проведено исследование катионного состава и микроструктуры образцов $\text{La}_{1-y}\text{Sr}_y\text{F}_{3-y}$ для двух значений $y=0.05$ и 0.15 . Первое из этих значений (0.05) отвечает максимуму ионной проводимости, а второе (0.15) находится на нисходящей ветви концентрационной зависимости. Для электронно-микроскопического исследования образцы фторидов измельчались в ступке, и готовилась суспензия, содержащая частицы микронных размеров, которая наносилась на тонкую углеродную пленку. Исследование проводилось в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000FX, оборудованном системой элементного анализа Link Analytical AN10000.

Исследование не обнаружило сегрегации щелочноземельного элемента в обоих образцах на микроуровне: катионный состав отдельных частиц для одного образца не отличался друг от друга в пределах статистической погрешности и соответствовал заданному значению y .

Изучение картин электронной дифракции в разных дифракционных зонах от частиц образца с $y=0.05$ не выявило каких-либо особенностей, указывающих на отличие кристаллической структуры этого образца от известной структуры тисонита LaF_3 , описываемой в рамках большой ячейки ($Z=6$) с тригональной пространственной группой $R\bar{3}c1$. На дифракционных картинах не обнаружено заметного диффузного рассеяния, что говорит об отсутствии кластеров в структуре и сегрегации катионного состава на нануровне.

Картинки электронной дифракции от частиц образца с $y=0.15$ существенно отличаются от таковых для $y=0.05$ в двух отношениях. Первое из них связано с трансформацией дифракционных отражений с индексами

типа 100. Для образца с $y=0.15$ в зоне $[001]$ (Рис.а) на месте дифракционных отражений с индексами типа 100 располагаются области диффузного рассеяния треугольной формы. Эти отражения достаточной интенсивности, хотя и заметно размытые, наблюдаются в зоне $[010]$ (Рис.б). Затухание дифракционных отражений с индексами типа 100 отражает тенденцию к превращению тисонитовой матрицы в структуру, описываемую в рамках малой тисонитовой ячейки с гексагональной пространственной группой $R6_3/mmc$ ($Z=2$). Вторая особенность связана с появлением на картинах электронной дифракции образца с $y=0.15$ в зонах $[010]$ и $[1-10]$ (Рис.в) дополнительных размытых отражений слабой интенсивности, что указывает на наличие в тисонитовой матрице нанометровых включений фазы со структурой отличной от структуры тисонита и по всей видимости отличающейся катионным составом.

Таким образом, результаты настоящего электронно-дифракционного исследования указывают, что падение ионной проводимости в тисонитовом фтор-ионном проводнике $La_{1-y}Sr_yF_{3-y}$ с $y=0.15$ коррелирует с выделением в нем нанометровых включений другой фазы.

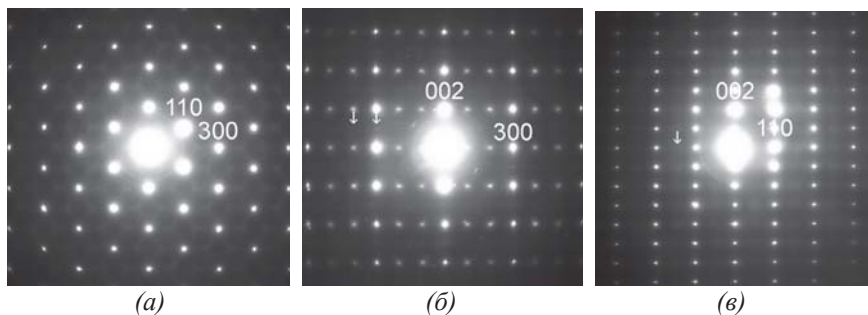


Рис. Картины электронной дифракции от частиц образца с $y=0.15$ в различных дифракционных зонах: $[001]$ (а), $[010]$ (б), $[1-10]$ (в). Дифракционные отражения индцированы в рамках большой тисонитовой ячейки ($Z=6$). Дополнительные размытые отражения слабой интенсивности указаны стрелками.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ №14-03-00178.

Наноструктурная неоднородность сверхпроводников $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$

В.И. Николайчик¹, Л.А. Клинкова²

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

² *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

Высокотемпературный сверхпроводящий оксид $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$ (Eu-123), являющийся кристаллохимическим аналогом известного оксида $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$ (Y-123), привлекает внимание в связи с выяснением влияния ионного радиуса редкоземельного элемента (Y^{3+} - 0.93 Å, Eu^{3+} - 1.03 Å), а также магнитного момента ионов европия, на сверхпроводимость.

В данной работе проведено исследование катионного состава методом локального рентгеновского микроанализа и структуры методом высокого разрешения (ВРЭМ) образцов Eu-123 суммарного катионного состава $\text{Eu}:\text{Ba}:\text{Cu}=1:2:3$. Для электронно-микроскопического исследования образцы оксидов измельчались в ступке, и готовилась суспензия, содержащая частицы микронных размеров, которая наносилась на тонкую углеродную пленку для анализа катионного состава и дырчатую углеродную пленку для исследования методом высокого разрешения. Исследование элементного состава и ВРЭМ проводились в просвечивающих электронных микроскопах JEM-2000FX и JEM-2100, соответственно.

Выявлена катионная нестехиометрия фазы Eu-123 и ее зависимость от процедуры термообработки. Катионная нестехиометрия описывается в рамках гомологического ряда оксидов $\text{Eu}_n\text{Ba}_m\text{Cu}_{m+n}\text{O}_y$ со структурой оксида Eu-123. Максимальный интервал сосуществования оксидов различного катионного состава ряда охватывают оксиды с матричным составом (Ba:Cu) 2.5-4:5.

ВРЭМ изображения частиц исследованных образцов показывают, что все они имеют неоднородную структуру двух типов. Первая проявляется в неоднородном контрасте вдоль направления [001] в виде темных областей размерами от 1 до нескольких нанометров. При наблюдении вдоль направления [100] эти области отображаются в виде темных полосок, направленных параллельно металл-оксидным плоскостям с ориентацией (001). Области кристалла, отвечающие этим полоскам темного контраста, имеют толщину в два межплоскостных расстояния между металл-оксидными слоями. Расстояние между ними вдоль плоскостей (001) не превышает 5 нм. Кристаллическая структура и состав ячеек, формирующих эти особые области, отличаются от окружающих областей.

Наноструктурная неоднородность второго типа проявляется в виде существования на ВРЭМ изображениях областей контраста с нечетким изображением кристаллической решетки размерами от 10 до 20 нм, как правило, также имеющих более темный контраст в сравнении со средней интенсивностью по образцу (Рис). Нечеткость изображения этих областей объясняется локальной разориентацией кристаллической решетки относительно падающего электронного пучка.

Картины электронной дифракции (вставки на Рис.) исследованных частиц не содержат признаков, указывающих на наличие неоднородности или дефектности (тяги, диффузное рассеяние). Это говорит о том, что разнородные области, определяющие присутствие неоднородности как первого, так и второго типов, имеют родственную кристаллическую структуру и когерентно сопряжены друг с другом.

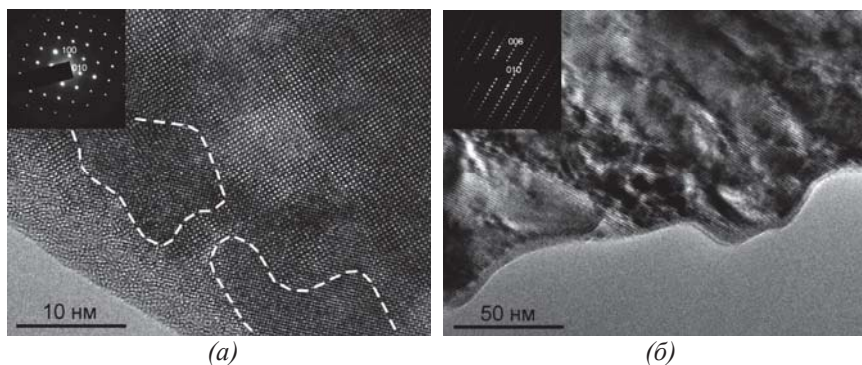


Рис. ВРЭМ изображения и картины ЭД (вставки) частиц образца Eu-123 вдоль направлений $[001]$ (а) и $[100]$ (б). Области нанонеоднородности второго типа выделены на рисунке (а) штриховыми линиями.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ №13-08-00162.

Применение РЭМ для исследования адгезионных свойств спечённых слоёв серебросодержащих паст

К.Н. Нищев¹, М.И. Новопольцев¹, В.П. Мишкин¹, Д.С. Горбунов¹,
А.В. Гришанин².

¹ ФГБОУ ВПО «Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева»,
430000, г. Саранск, ул. Большевикская, 68, Россия

² ОАО «Электровыпрямитель, 430001, г. Саранск, ул. Пролетарская, 126, Россия

Надежность силовых полупроводниковых приборов (СПП) определяется технологией их межэлементных соединений. Перспективной технологией соединения в СПП кремниевой структуры (КС), содержащей *p-n*-переходы, с молибденовым термокомпенсатором (МТ) является низкотемпературное (~250°С) спекание специальных серебросодержащих паст (СП). Получаемая в результате такого спекания структура «кремний на молибдене» (КНМ) является основным активным элементом СПП и определяет его электрические характеристики и надежность. Механическая прочность структур КНМ определяется в значительной степени адгезионными свойствами спеченного слоя СП, существенно зависящими от технологических условий процесса низкотемпературного спекания. Для повышения адгезии могут быть использованы различные технологические приемы, одним из которых является металлизация соединяемых поверхностей КС и МТ [1-2].

Адгезионные свойства спеченных слоев СП исследовались методом *L*-отслаивания [3] на испытательной машине SHIMADZU AG 100 KNX. Для приготовления образцов на металлизированную поверхность МТ через сетчатый трафарет наносился слой СП, на который помещалась гибкая посеребренная медная тестовая полоса толщиной 100 мкм и шириной 5 мм, и полученная конструкция подвергалась горячему прессованию.

Особенности адгезии спеченного слоя (СС) СП с МТ и отслаиваемой тестовой полосой (ТП) выявлялись путем анализа РЭМ-изображений поверхности нанесенного слоя СП (рис. 1 а), МТ (рис. 1 б) и ТП (рис. 1 в). Изображения были получены с помощью РЭМ Quanta 200i 3D FEI.

На поверхности МТ и ТП после *L*-отслаивания выявлены мелкие фрагменты, происхождение которых может быть обусловлено формой поверхности СП перед спеканием. При горячем прессовании образцов локальное давление внутри возвышающихся участков поверхности СП превышает локальное давление внутри впадин. Установлено, что на возвышающихся участках вследствие более высокого локального давления, адгезия СС СП с МТ превышает адгезию с ТП и на поверхности МТ были выявлены фрагменты СС. Вследствие низкого локального давления во впадинах поверхности СП адгезия СС СП с МТ оказывается ниже, чем с ТП и СС СП после

отслаивания оставался на поверхности ТП. Следовательно, для повышения адгезионной прочности СС СП с покрытием МТ низкотемпературное спекание структур КНМ необходимо проводить при возможно более высоком давлении прессования.

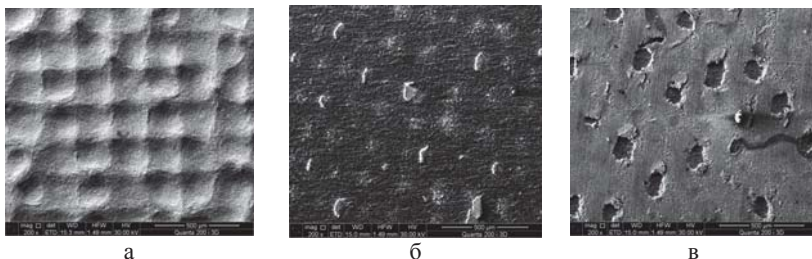


Рис. 1 – РЭМ-изображение поверхности нанесенного слоя СП (а), поверхности МТ (б) и тестовой полосы (в) после отслаивания

Список литературы

1. *Mertens C. Die Niedertemperatur-Verbindungstechnik der Leistungselektronik / C. Mertens // Fortschrittberichte: VDI-Verlag, Duesseldorf, 2004.– 141 s.*
2. *Нищев К.Н. Исследования свойств многослойной металлизации структур «кремний на молибдене», полученной методом магнетронного распыления / К.Н. Нищев и др. // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Физико-математические науки.– 2013.– №3 (27).– С. 248-260.*
3. *DIN 53287-2006 Testing of adhesives for metals and adhesively bonded metal joints - Determination of the resistance to liquids.*

Фрактограммы, полученные методом РЭМ, и прочность волокнистых ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaO}$)/Мо композитов

Н.И. Новохатская, В.М. Кийко

*Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия*

Организация нехрупкого разрушения волокнистых композитов с хрупкими компонентами предлагается путем использования композитных волокон с прочной основой и относительно «слабыми» включениями [1].

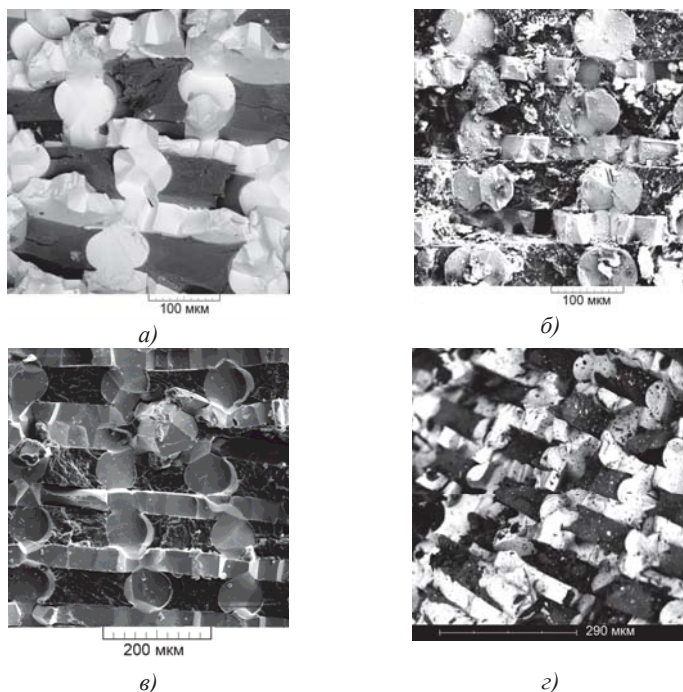


Рис. 1. Поверхности разрушения в поперечном направлении композитов с волокнами на основе Al_2O_3 с различными добавками CaO в исходной шихте: а) 2.0%вес. (образец s0219, $V = 1$ мм/мин), б) 3.0%вес. (образец k0217, $V = 250$ мм/мин), в) 4.5%вес. (образец k0217, $V = 250$ мм/мин), г) 6.0%вес. (образец k0217, $V = 250$ мм/мин), - и молибденовой матрицей. На изображениях СЭМ матрица белого или светло-серого цветов, а волокна - более темных тонов; в пределах волокон кальцийсодержащие включения светлее оксида алюминия.

Волокна в молибденовой матрице получались из расплава шихты, приготовленной из смеси порошков Al_2O_3 и CaO различных составов (указаны в подписи к рис. 1 и на рис. 2) методом внутренней кристаллизации [2]. В результате в композите формировались волокна, которые содержали высокопрочный оксид алюминия и «слабый» гексаалюминат кальция, возможны также и другие соединения [3].

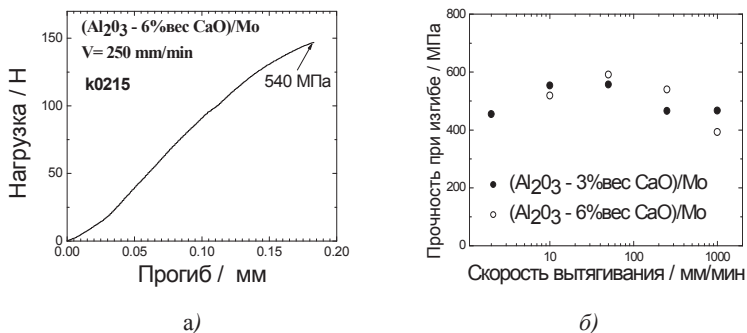


Рис. 2. а) зависимость нагрузка – прогиб образца k0215 (исходный состав шихты, скорость вытягивания образца в холодную зону и прочность образца указаны в поле графика); б) зависимость прочности образцов двух различных исходных составов от скорости вытягивания в холодную зону. Испытания образцов проведены при комнатной температуре трехточечным изгибом.

Результаты механических испытаний (рис. 2) и исследования структуры композитных образцов показали (рис. 1), что поверхности разрушения как волокон, так композита имеют развитый рельеф, характерный для нехрупких композитных материалов с хрупкими компонентами [4]; зависимость нагрузка-прогиб образцов нелинейна (пример на рис. 2а), а зависимость прочности образцов от скорости вытягивания V образцов в холодную зону при кристаллизации волокон имеет максимум (рис. 2б).

1. S.T. Mileiko, A.A. Kolchin, N.I. Novokhatskaya, V.M. Kiiko, I.V. Novikov. Quasi-plastic behaviour of brittle-matrix composites with oxide composite fibres. 16th European Conf on Composite Materials, July 2014, Spain.
2. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.
3. ACer-NIST. Phase equilibria diagrams. CD-Rom Database, Version 3.0, 2004.
4. A.G. Atkins. Intermittent bonding for high toughness/high strength composites. J. Mat. Sci., 1975, 5, 819-832.

Морфология поверхности пленок CdTe

И.Р. Нуриев¹, А.М. Назаров¹, М.А. Мехрабова², Р.М. Садыгов¹

¹ Институт физики им. академика Г.М.Абдуллаева НАН Азербайджана, AZ1143, Баку, пр.Г.Джавида, 33, Азербайджан

² Институт Радиационных Проблем НАН Азербайджана, AZ1143, Баку, ул.Б.Вахабадзе, 9, Азербайджан

Теллурид кадмия (CdTe) является перспективным материалом для изготовления солнечных элементов. Эти соединения обладают высоким коэффициентом поглощения ($>10^5 \text{ см}^{-1}$) и оптимальной шириной запрещенной зоны (1.5 eV).

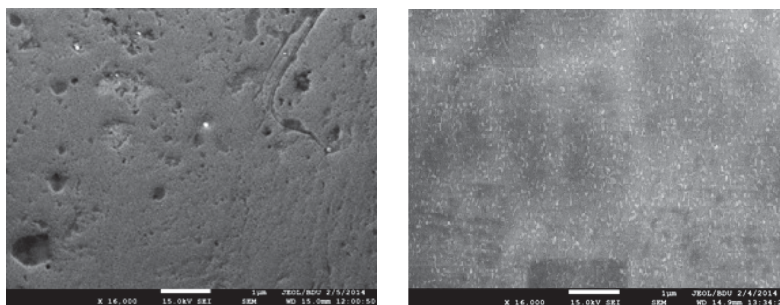
Пленки CdTe уже давно успешно используются для создания солнечных элементов на основе гетероструктур. Эффективность таких солнечных элементов сильно зависит от структурного совершенства пленок. Разработаны различные методы получения тонких пленок указанного соединения.

Известно, что приборы создаются в тонких приповерхностных слоях кристаллов. В связи с этим, для получения высокоэффективных солнечных элементов, исследования структуры и морфологии поверхности пленок представляет научный и практический интерес.

В настоящей работе рассматривается исследование структуры и морфологии поверхности эпитаксиальных пленок CdTe толщиной $0.3 \div 0.6 \text{ мкм}$, выращенных на стеклянных пластинах и на свежесколотых гранях монокристаллов слюды, методом конденсации молекулярных пучков в вакууме $5 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$. В качестве источника использовались синтезированные соединения CdTe.

Пленки были получены в вакуумной установке УВН-71ПЗ при температурах подложки $T=300 \div 670 \text{ К}$. Структура пленок исследовалось рентгенодифракционным, а морфология поверхности электронномикроскопическими методами. Показано, что на стеклянных пластинах при температуре $T_{\text{п}}=300 \text{ К}$ полученные пленки имеют аморфную структуру. Увеличение температуры подложки ($\geq 470 \text{ К}$) приводит к получению поликристаллических пленок с кубической структурой ($a=6,481 \text{ \AA}$). На монокристаллах слюды поликристаллические пленки CdTe с аналогичной структурой и параметром решетки, в отличие стеклянных подложек, получают при температуре $T_{\text{п}}=300 \text{ К}$. С повышением температуры выше 570 К начинается эпитаксиальный рост пленок и на дифрактограммах пленок полученных при 670 К наблюдаются лишь отражения типа (111). Определены размеры и формы частиц полученных пленок.

Исследование морфологии поверхности пленок проводились на электронном микроскопе JEOL JSM-7600F Field Emission Scanning Electron Microscope.



a)

б)

Рис.1. Электронномикроскопический снимок поверхности эпитаксиальных пленок CdTe: без компенсации Te (*a*), с компенсацией Te (*б*) (x16 000).

Были получены пленки CdTe без компенсации и с компенсацией дополнительным источником паров Te в процессе роста. Электронномикроскопическое исследование морфологии поверхности этих пленок показало, что они резко отличаются (Рис.1.а,б). На поверхности пленок полученные без компенсации Te наблюдаются черные скопления, свидетельствующие об образовании продуктов окисления, вследствие частичного разложения CdTe в процессе роста, которые исчезают в пленках полученных с компенсацией Te.

Регулируя температуры основного и компенсирующего источников удалось получить пленки CdTe с n- и p-типом проводимости.

Данная работа выполнена при финансовой поддержке Фонда Науки Азербайджанской Государственной Нефтяной Компании (SOCAR), 2013.

Изучение механических свойств поверхности кристаллов сапфира с использованием сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3Д»

А.М. Ополченцев, А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Н. Дерябин,
В.М. Каневский.

Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

Свойства кристаллических элементов, применяемых в эпитаксиальных технологиях и рентгеновской оптике, определяются не только состоянием поверхности, но структурным совершенством приповерхностного слоя. Обработка поверхности элементов приводит к образованию приповерхностного слоя с нарушенной структурой, увеличенной концентрацией дефектов. Поэтому проблема выбора оптимального технологического процесса обработки поверхности элементов, который обеспечивает получение поверхности с минимальным количеством дефектов в приповерхностном слое, является актуальной. Для исследования микротвердости на сканирующем нанотвердомере «НаноСкан-3Д» были отобраны несколько кристаллических элементов из сапфира, прошедших различные стадии обработки поверхности: шлифовку, механическую полировку (МП), химико-механическую полировку (ХМП) и последующий отжиг на воздухе (Табл.).

№ образца	Обозначение	Вид обработки	Средняя шероховатость, Sa (данные АСМ)
1	Ш	Шлифовка	56,4 нм
2	МП	МП	7,42 нм
3	ХМП-1	ХМП	0,34 нм
4	ХМП-2	ХМП	0,27 нм
5	ХМПО-1	ХМП и отжиг 1100 ⁰ С 1 час	0,24 нм
6	ХМПО-2	ХМП и отжиг 1100 ⁰ С 1 час	0,25 нм
7	ХМПО-3	ХМП и отжиг 1200 ⁰ С 1 час	0,22 нм

Все образцы были предварительно исследованы на АСМ для визуализации топографии поверхности и оценки параметра средней шероховатости. По данным АСМ, на поверхности сапфира, прошедшего ХМП и последующую термическую обработку, формируется регулярный рельеф – террасоступенчатая наноструктура, что говорит о высоком структурной совершенстве поверхности. Для характеристики свойств приповерхностного слоя применен метод исследования микротвердости. Определены зависимости величины микротвердости от глубины погружения пирамиды Берковича в кристалл (Рис.1, 2). При анализе зависимостей видно, что на глубинах больше 30 нм все образцы показывают схожие значения микротвердости, за исключением образца, прошедшего шлифовку, которая приводит к образованию значительно большего нарушенного слоя. На глубине меньше 30

нм микротвердость образца с МП снижается, микротвердость образцов с ХМП возрастает, причем у образцов, прошедших еще и отжиг возрастает значительно сильнее.

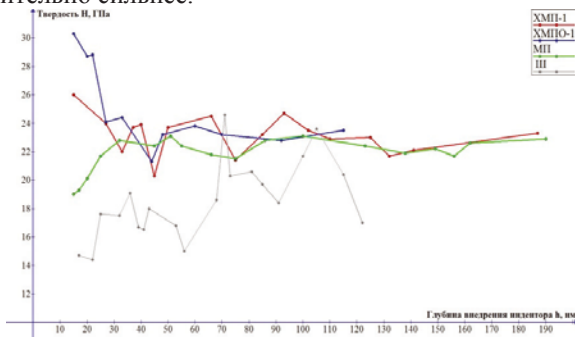


Рис. 1. Зависимости величины микротвердости образцов прошедших различную обработку от глубины.

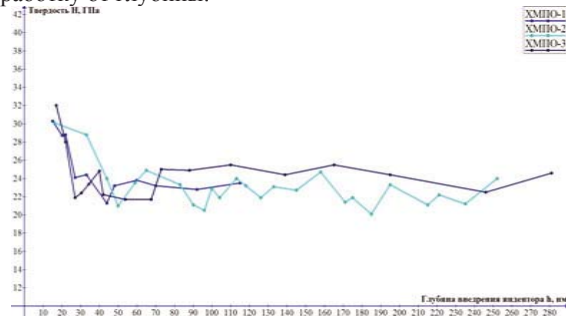


Рис. 2. Зависимости величины микротвердости образцов после ХМП и последующего высокотемпературного отжига от глубины.

Известно, что с уменьшением размера деформируемого объема существенное влияние на упруго-пластическое поведение материала оказывает не только наличие и плотность дефектов его структуры, изменяется распределение вкладов различных механизмов пластической деформации, меняется соотношение между упругой и пластической компонентами деформации. В работе выявлено существенное влияние типа обработки поверхности кристаллических элементов из сапфира на микротвердость на глубине до 50 нм, что может сказаться на функциональных свойствах элементов. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН "Структурная диагностика материалов" при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005) и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий».

Структура биокompозитов на основе бактериальной целлюлозы *Acetobacter xylinum* и полиакриламида как перспективных заменителей хрящевых тканей

А.С. Орехов¹, Н.А. Архарова¹, В.В. Ключковская¹, А.Л.Буянов²,
А.К.Хрипунов², Р.Л.Смыслов²

¹ *Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им А.В. Шубникова РАН, г.Москва, Ленинский пр., 59,Россия*

² *Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений РАН, г. Санкт-Петербург, В. О. Большой пр. 31, Россия*

Новые виды композиционных гидрогелей на основе бактериальной целлюлозы (БЦ) и полиакриламида (ПААм) обладают хорошей биосовместимостью и высокопрочностными механическими характеристиками, превосходящими однокомпонентные гидрогели ПААм на два – три порядка [1,2]. Это позволяет рассматривать их как перспективные биоматериалы - имплантаты для замены поврежденных хрящевых тканей, в частности суставных хрящей и межпозвоночных дисков. Композиционные гидрогели этого вида можно отнести к классу гидрогелей со структурой взаимопроникающих полимерных сеток (ВПС), построенных из жесткоцепного полимерного «каркаса», внутри которого встроены гибкие цепи ПААм. Следует отметить, что надмолекулярная организация ВПС гидрогелей с составом БЦ-ПААм в настоящее время изучена недостаточно. Вместе с тем очевидно, что она в значительной степени определяет их функциональные свойства.

В связи с этим представляло интерес получить данные о структуре нового вида ВПС методом сканирующей электронной микроскопии (Quanta 200 3 D, Helios). Проведен сравнительный анализ изображений параллельных поверхности образца срезов исходной гель-пленки БЦ и композита БЦ/ПААм. На изображении среза гель пленки БЦ (рис. 1а) видна сетка микрофибрилл и лент, с поперечными размерами от 100 до 400 нм, удерживающая в массиве геля воду (до 98% от объема). На рис. 1б-г представлены изображения последовательных срезов композита БЦ/ПААм. Полученный композит в объеме неоднороден: в нем присутствуют области с различной плотностью физической сетки БЦ. Исходя из данных работы [1] области с низкой плотностью сетки с размером от нескольких до десятков микрон могут представлять собой «туннели», образованные бактериями в процессе биосинтеза БЦ. Преимущественно вертикальная ориентация структурных зон ВПС видна на поперечном срезе композита (рис 1 г), что соответствует данным работы [1].

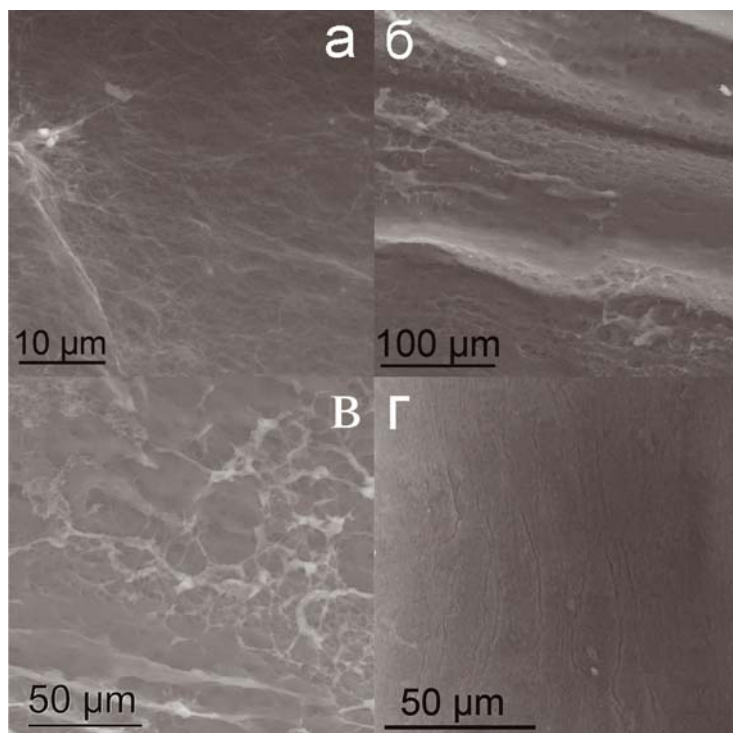


Рис. 1. СЭМ изображения параллельных поверхности срезов гель-пленки БЦ (а) и композита БЦ/ПААм (б,в) и поперечного среза композита (г).

1. A.L. Buyanov, I.V. Gofman, L.G. Revelskaya, A.K. Khripunov, A.A. Tkachenko. Anisotropic swelling and mechanical behavior of composite bacterial cellulose-(polyacrylamide or polyacrylamide-sodium polyacrylate) hydrogels. Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials. 2010. V. 3. N 1. P. 102-111.
2. А.Л. Буянов, И.В.Гофман, А.К.Хрипунов, А.А.Ткаченко, Е.Э.Ушакова. Высокопрочные биосовместимые гидрогели на основе полиакриламида и целлюлозы: синтез, механические свойства и перспективы применения в качестве искусственных заменителей хрящевых тканей. Высокомолекулярные соединения, Серия А, 2013, том 55, №5, с.512-522.

Работа выполнена при поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН "Фундаментальные исследования для разработки биомедицинских технологий" ФИМТ-2014-066.

Исследование методами EBIC, LBIC и оптической микроскопии дефектов в плоскости скольжения дислокаций в кремнии

В.И. Орлов^{1,2}, Н.А. Ярыкин¹, Е.Б. Якимов^{1,3}

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

³ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Москва, Россия

В работе представлены результаты изучения дислокационных следов – квазидвумерных дефектов возникающих за движущейся дислокацией в окрестности ее плоскости скольжения. Совместное использование трех различных методов EBIC, LBIC и оптической микроскопии, позволило получить новые интересные экспериментальные результаты.

В работе использовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния, выращенные методом Чохральского n-типа, с концентрацией легирующей примеси (фосфор) $[P] = 4 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$. Образцы имели форму прямоугольных призм размером $35 \times 4 \times 1 \text{ мм}^3$. Индивидуальные дислокации вводились от локальных концентраторов напряжений («уколы» алмазным индентором) на грани $\{111\}$ вдоль линии, параллельной направлению $[110]$. Нагружение осуществлялось методом четырехопорного изгиба вокруг оси (112) при температуре 600°C . Для исследования методами EBIC и LBIC на образцах формировались барьеры Шоттки путем напыления тонких слоев Au, омические контакты создавались путем втирания Al–Ga пасты в обратную сторону образцов

Исследования методом EBIC проводились на электронном микроскопе JSM 840 при комнатной температуре (35 кэВ, ток пучка порядка 10^{-10} А). Для получения изображения LBIC нами была изготовлена установка на основе оптического микроскопа и сканирующего столика. В этом случае, неравновесные носители заряда возбуждались полупроводниковым лазером мощностью 20 мВт с длиной волны 980 нм.

Полученные результаты можно суммировать следующим образом:

1. Более глубокое проникновения лазерного излучения (150 мкм) по сравнению с длиной пробега электронов в методе EBIC позволило получить квази-3D LBIC изображения дефектов в плоскости скольжения.
2. Выявлено существенное различие между дислокационными следами образующимися на сторонах образца подвергнутых напряжениям сжатия

либо растяжения. Это относится как к рекомбинационной активности дефектов в плоскостях скольжения, так и к виду и распределению дефектов выявляемых избирательным химическим травлением.

3. Последовательное удаление поверхностных слоев химической полировкой позволило получить данные о расположении дефектов в плоскости скольжения в глубине образца и обнаружить их неоднородное распределение.

4. Показано, что образование дефектов в плоскости скольжения отличается для разных частей дислокационной полупетли. Это, по-видимому, говорит о существенном влиянии тонкой структуры дислокационного ядра на процессы формирования исследуемых дефектов.

В работе обсуждается возможная природа дислокационных следов и выдвигается несколько механизмов их образования.

Исследование магнитной структуры аморфных микропроводов в стеклянной изоляции с помощью сканирующей электронной и зондовой микроскопии и магнитооптики.

Н.Н. Орлова, А.С. Аронин, Ю.П. Кабанов, В.С. Горнаков, С.И. Божко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Аморфные микропровода в стеклянной изоляции ферромагнитных составов, изготовленные методом Улитовского-Тейлора, представляют большой интерес для исследования благодаря их уникальным магнитным свойствам: естественный ферромагнитный резонанс в диапазоне частот 1-10 ГГц, бистабильное перемагничивание, эффект гигантского магнитного импеданса.[1][2] Однако свойства определяются их структурой. В данном случае большую роль играет доменная структура. В аморфных сплавах большой вклад в формировании доменной структуры вносит магнитоупругая анизотропия, которая определяется характером распределения внутренних механических напряжений и магнитострикцией.[3] Особенностью микропроводов является наличие высокого уровня остаточных механических напряжений в металлической сердцевине микропровода после получения. Возникают напряжения в процессе получения при закалке, вытягивании и при затвердевании за счет разницы коэффициентов термического расширения металла и стекла. Считается, что внутри металлической сердцевины основной вклад составляют растягивающие напряжения, направленные вдоль оси провода. На поверхности металлической сердцевины, за счет контакта металла со стеклянной оболочкой, существует переходный слой, где результирующая остаточных напряжений направлена перпендикулярно оси провода, т.е. по радиусу.[4] На основании расчетов магнитной анизотропии предполагается, что магнитная структура ферромагнитного микропровода состоит из внутренних цилиндрических доменов, намагниченность которых направлена вдоль оси провода, и поверхностного слоя доменов, радиально намагниченных в случае положительной магнитострикции, и циркулярно – в случае отрицательной константы магнитострикции.[5] Однако экспериментальных наблюдений такой структуры нет, нет исследований характерных размеров доменов. В данной работе экспериментально исследована магнитная структура ферромагнитного микропровода в стеклянной изоляции на основе железа. Методом магнитооптических индикаторных пленок визуализирована доменная структура вдоль провода. Изготовлен шлиф торца микропровода и методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии визуализирована доменная структура с

торца микропровода. Полученные результаты показывают, что доменная структура микропровода на основе Fe состоит из внутренних цилиндрических доменов, намагниченных вдоль оси провода, но имеющих локальные отклонения намагниченности от оси. Поверхностный слой состоит из кольцевых доменов, радиально намагниченных к оси или от оси провода, чередующихся вдоль провода. Ширина кольцевого домена составляет 5 мкм, толщина – 1,5-2 мкм.

1. *Vazquez M., Gomez-Polo C., Chen D.-X., Hernando A.* Magnetism, IEEE Transactions on., (1994), 30, 907-912.
2. *Panina L.V., Makhnovskiy D. P., Mohri K.,* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (2004), 272/276(2), 1452–1459.
3. *Золотухин И.В.* Физические свойства аморфных металлических материалов, М.: «Металлургия», (1986), 176.
4. *H. Chiriac, T. A. Ovari, and Gh. Pop .,* Physical Review B, (1995), 52, 10 104-10 113.
5. *J. Velazquez, M. Vazquez, and A. P. Zhukov,* Journal of Materials Research, (1996), 11, 2499-2505.

Изучение мультикристаллов солнечного кремния методом электронно-зондового микроанализа

Л.А. Павлова, С.М. Пещерова, А.И. Непомнящих

ФГБУН Институт геохимии им. А.П.Виноградова СО РАН, Иркутск, Фаворского, 1А

Важной задачей получения материала для солнечной энергетики является выращивание кристаллов мультикремния соответствующего качества. Качество получаемых кристаллов и соответствие их критериям пригодности для изготовления фотоэлектрических преобразователей во многом зависят от химического состава и структуры мультикристаллов, а их электрофизические характеристики в значительной степени зависят от химической чистоты кремния, расположения кристаллитов и их размеров, а также от типа межзеренных границ. Серьезной проблемой получения кристаллов считается очистка материала от примесей. В нашем случае кристаллы мультикремния, выращенные вертикальным методом Бриджмена-Стокбаргера из металлургического рафинированного кремния, изучали на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе JXA8200. Исследовали полированные поверхности мультикремния; поверхности, в разной степени протравленные; а также сколы кристаллов. В режиме электронного микроскопа обнаружено изменение интенсивности окраски изображения полированной поверхности мультикремния в отраженных и вторичных электронах при изменении положения образца под электронным пучком (рис. 1).

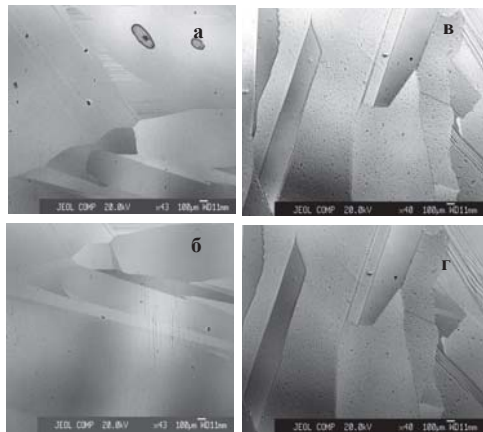


Рис. 1. Изображение в обратно рассеянных электронах полированных поверхностей двух участков мультикремния: 1-й участок (а, б), 2-ой участок (в, г).

Оказалось, что контраст получаемого изображения при сканировании полированных поверхностей мультикремния в режиме обратно рассеянных электронов на микроанализаторе обусловлен принадлежностью контрастирующих зерен к различным кристаллографическим ориентациям (рис. 2). На рис. 2 показаны два участка поверхности мультикремния (а, б), состоя-

шие из нескольких кристаллитов разной ориентации. Более детально на рис. 2 б для двух участков поверхности показаны границы между кристаллитами при разных увеличениях: $\times 270$ (фото слева) и $\times 5000$ (фото справа).

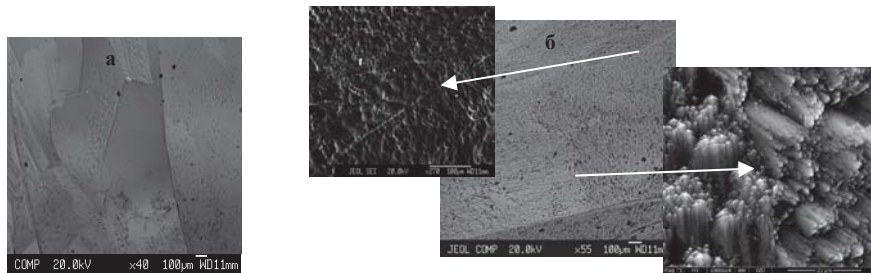


Рис. 2. Изображение в обратно рассеянных электронах разной степени протравленных поверхностей мультикремния, состоящих из нескольких кристаллитов разной ориентации.

Очистка мультикремния от примеси напрямую зависит от вида последней и места ее расположения. Повысить качество мультикремния с учетом ростовых параметров можно, изучив состав примесей, их распределение и концентрации на различных видах дефектов в кристаллах. При исследовании кристаллов мультикремния обнаружены элементы примеси в дефектах структуры в виде включений круглой и эллипсообразной формы с ветвистой внутренней структурой (рис. 3 а).

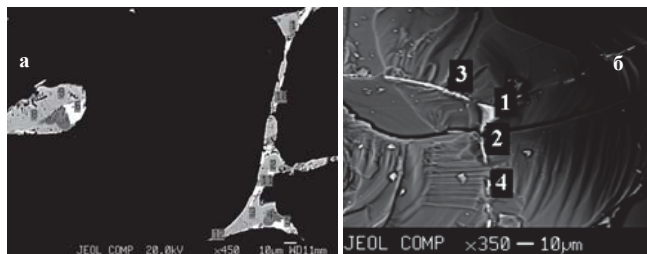


Рис. 3. Распределение элементов примеси в кристаллах мультикремния: а – на полированной поверхности, б – на сколе кристалла.

По результатам РСМА и ICP-MS анализов примесного состава мультикремния и металлургического кремния удалось выявить особенности состава и характер распределения микровключений в структуре в зависимости от параметров кристаллизации. Выявлены многокомпонентные (из трех и более элементов) микровключения размером до 100 микрон (в слитках, выращенных при высоких скоростях (1,5 см/ч) кристаллизации) и малокомпонентные микровключения размером до одного микрона (в слитках, полученных при скоростях от 0,5 до 1 см/ч). Металлические примеси группы железа концентрируются во включениях, представленных на рис. 3 б.

Исследование физико-технологических процессов формирования чувствительных элементов датчиков линейного ускорения

Н.М.Парфёнов¹, А.С.Тимошенков²

¹ МАИ, 125993, Москва, ГСП-3, Волоколамское шоссе, д. 4, e-mail: sedennik@mail.ru

² МИЭТ, 124498, Москва-Зеленоград, проезд 4806, строение 1, e-mail: spt@miee.ru

Современные микроэлектромеханические системы (МЭМС) способствовали созданию большого разнообразия интегральных микромеханических датчиков линейного ускорения. По мере совершенствования технологий производства, повышения качества и надёжности датчики механических величин стали широко применяться в оборонной, авиационно-космической, энергетической и других высокотехнологичных отраслях.

Важнейшей проблемой при производстве акселерометров(сенсоров) является совершенствование таких основных параметров как диапазон измерений, нелинейность, частотная характеристика. В случае применения сенсоров в бытовой технике требования к параметрам несколько другие, чем в технике специального применения с более высокими и жёсткими требованиями.

В докладе приводятся результаты исследований кремниевых гетероструктур, применяемых для формирования чувствительных элементов (ЧЭ) МЭМС- акселерометров с целью улучшения и совершенствования их параметров.

Опыт отечественных и зарубежных производителей показал, что наряду с пьезоэлектрическими и тензорезистивными, ёмкостные преобразователи механических величин являются наиболее востребованными, вследствие высокой надёжными и точности параметров.

Основными элементами датчиков линейного ускорения (акселерометров) являются микромеханическое устройство ЧЭ и электронный блок. Благодаря современным достижениям технологии появилась возможность ЧЭ и электронный блок разместить в одном корпусе, в некоторых случаях даже на одном кристалле [1].

Формирование ЧЭ сенсора проводилось на базе гетероструктуры КНИ и МЭМС- устройств с использованием инновационных микромеханических и микроэлектронных технологий [2]. Известно, что значения параметров существенно зависят от применяемых материалов, конструкций и технологий изготовления.

Основным исходным материалом для изготовления ЧЭ акселерометра ёмкостного типа является монокристаллический кремний ориентации (100).

При формировании структуры КНИ в качестве диэлектрика был применён стекловидный диэлектрик толщиной 0,8 мкм. Изготовление гетероструктуры проводилось методом термокомпрессионного сращивания двух кремниевых пластин при температуре 1100 °С [3]. Сращивание осуществлялось в диффузионной печи с применением специальной оснастки. Исследования показали, что существенное влияние на параметры ЧЭ сенсоров могут оказывать механические напряжения. Вероятность обнаружения которых возможна на таких технологических операциях как механическая шлифовка, химико-механическое полирование (ХМП), нанесение диоксида кремния на кремниевую подложку и воздействие высокой температуры.

Изготовление ЧЭ было осуществлено с использованием технологии Bosch процесса, принципиальной особенностью которого является травление и последующее пассивирование в одном цикле. С целью демпфирования колебаний (воздух, масло) ЧЭ и обеспечения возможности перетекания демпфирующей среды в кремниевой пластине были изготовлены квадратные перфорационные отверстия (ПО). Коэффициент демпфирования можно приблизительно рассчитать с помощью площади, занимаемой ПО. Упругие элементы (торсионы), ПО были получены с помощью анизотропного химического травления.

Экспериментальное исследование пилотных образцов ЧЭ акселерометров проводилось с помощью растрового электронного микроскопа РЭМ, голландской фирмы –Helios Nanolab 650.

По результатам исследований была проведена оптимизация конструкции и технологии создания акселерометров, что позволило существенно улучшить их параметры.

Так, диапазон измерений линейного перемещения составил около $\pm 30\text{г}$, нелинейность функции преобразования составила 0,2 % и частотный диапазон составил 0-128 Гц.

Список литературы

1. *А. Дрозжин*. МЭМС: микроэлектромеханические системы. Ч.1. Датчики ускорения. // Компоненты и технологии. 2010, №10, с.1-5.
2. *С.П.Тимошенко, А. Бойко, Б. Симонов*. Чувствительные элементы МЭМС. // Электроника. Наука. Технология. Бизнес. 2008. № 1 с. 80-82.
3. *Н.И.Кошелев, О.Ю. Смирнов, А.И. Ермолаева*. Формирование структур кремний-на-изоляторе методом термокомпрессионного сращивания кремниевых пластин через слой стекловидного диэлектрика. // Перспективные материалы. 2000, № 6, с 21-24.

Исследование влияния режимов формирования пленок оксида цинка на их структуру

А.Н. Петлицкий¹, В.А. Пилипенко¹, С.В. Шведов¹, В.В. Цыбульский¹,
В.П. Бондаренко², Е.Б. Чубенко², А.И. Шерстнев²

¹ НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ»,
220108, г. Минск, ул. Корженевского 12, Беларусь

² Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,
220013, г. Минск, ул. П. Бровки 6, Беларусь

Оксид цинка (ZnO) – прямозонный полупроводник с большой шириной запрещенной зоны (3,37 при 300 К), прозрачный в видимом диапазоне электромагнитного спектра [1]. Данный материал является перспективным для изготовления эффективных светодиодов и фотоприемников синего и ультрафиолетового диапазона [1], а также прозрачных проводящих электродов в фотовольтаических приборах [2]. В последнем случае для упрощения производства и получения возможности одновременной обработки больших площадей подложек могут применяться методы электрохимического формирования ZnO [3].

В данной работе были проведены исследования процесса формирования пленок ZnO электрохимическим методом на полупроводниковых и металлических подложках и изучены их структурные свойства. Осаждение ZnO осуществлялось из водного раствора электролита на основе $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ при температуре 80 °С в гальваностатическом режиме при плотностях тока от 1 до 10 мА/см². Для исследования структуры полученных пленок использовались методы сканирующей электронной микроскопии (Hitachi S-4800), рентгеновской дифрактометрии (ДРОН-3М) и микроанализа (Link Analytical AN10000).

На рисунке 1 показаны электронные фотографии поверхности пленок ZnO, полученные на металлических и полупроводниковых подложках при различных плотностях тока. При малых плотностях тока формирующаяся пленка ZnO содержит множество макроскопических дефектов и состоит из отдельных кристаллитов. При увеличении плотности тока поверхность пленки ZnO становится более гладкой, с меньшей концентрацией структурных дефектов. Не зависимо от плотности катодного тока и типа подложки, осажденный ZnO имеет стехиометрический состав. Однако фазовый состав меняется с изменением плотности тока. При увеличении плотности тока на дифрактограммах увеличивается отклик от фазы ZnO (0002), что свидетельствует о более выраженной кристаллической структуре материала, тем не менее, во всех случаях пленки остаются поликристаллическими. На полупроводниковых кремниевых подложках наблюдается меньшая плотность расположения отдельных кристаллитов и более развитая по-

верхность формируемых пленок оксида цинка, что связано с меньшей плотностью расположения зародышей кристаллитов ZnO на начальных стадиях формирования пленки из-за меньшей величины электропроводности оксида цинка.

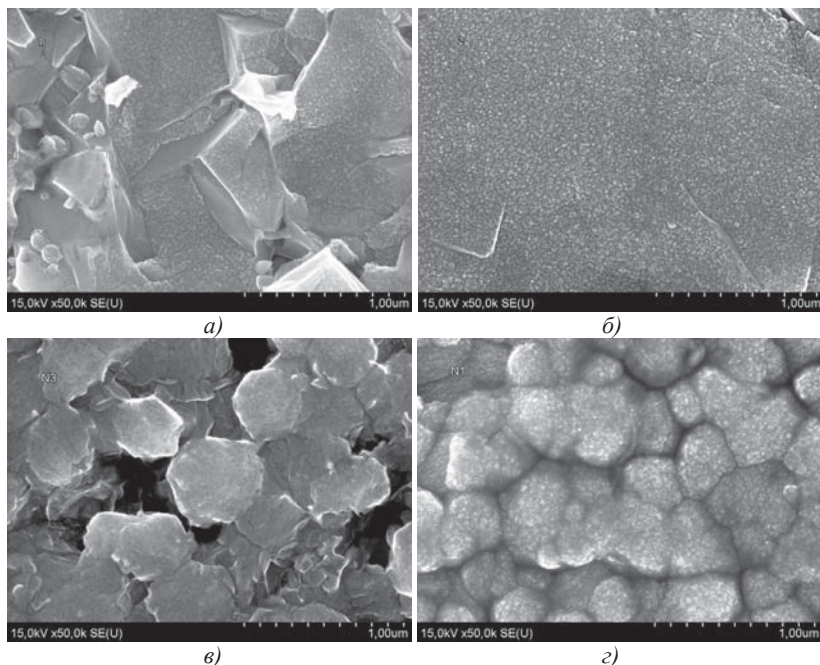


Рис. 1. Электронные фотографии поверхности пленки оксида цинка, осажденной электрохимическим методом на поверхность никелевой пленки при плотности тока 2,5 (а) и 7 mA/cm^2 (б) и поверхность подложки из монокристаллического кремния при плотности тока 1 (в) и 5 mA/cm^2 (г).

Таким образом, показано, что структура осаждаемых электрохимическим методом пленок ZnO зависит от плотности тока осаждения и от проводимости исходной подложки. При больших плотностях тока поверхность пленок ZnO становится более гладкой и содержит меньше структурных дефектов.

1. Ü. Özgür, Ya.I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M.A. Reshchikov, S. Doğan, V. Avrutin, S.-J. Cho, and H. Morkoç. *J. Appl. Phys.*, 2005, 98, 041301.
2. H. Ohta, H. Hosono. *Mater. Today*, 2004, 7, 42–51.
3. D. Lincot. *Thin Solid Films*. 2005, 487, 40–48.

Исследование пленок на основе детонационных наноалмазов методами электронной микроскопии

Д.Е. Петренко^{1,2}, Р.А. Камышинский^{1,2}, А.Н.Коровин², Т.У.Григорьев²,
С.Н.Чвалун², А.В. Алленов^{1,2}, Г.А. Юрасик³, С.П. Молчанов³, П.В. Лебедев-
Степанов³, А.Т. Дидейкин⁴, А.Я. Вуль⁴, А.Л. Васильев²

1 Московский физико-технический институт (государственный университет), г.
Долгопрудный, Московская обл., Россия

2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва,
Россия

3 Центр фотохимии РАН, г. Москва, Россия

4 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН

Детонационные наноалмазы (ДНА) – частицы размером 1-10 нм и кристаллической структурой алмаза. Композитные пленки на основе полимер-ДНА перспективны как новые типы эмиттеров и износостойких покрытий. В представленной работе использовались композиты из ДНА, полученных согласно [1] в растворах каррагенана, полиакриловой кислоты (ПАК) или сульфо-хитозана различной концентрации. Композиты наносились методом центрифугирования на подложки из высокотекстурированной ленты Ni (W), и Si, вращающиеся со скоростью 2500-8000 об./мин. Более подробно технология формирования описана в [2-3].

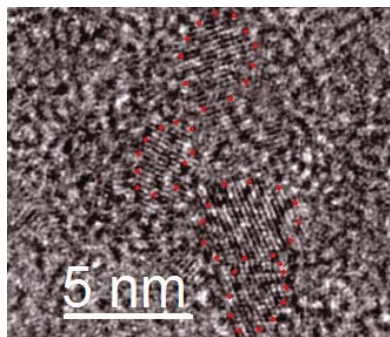


Рис. 1. Светлопольное ПЭМ изображение ДНА на углеродной подложке, полученное с высоким разрешением.

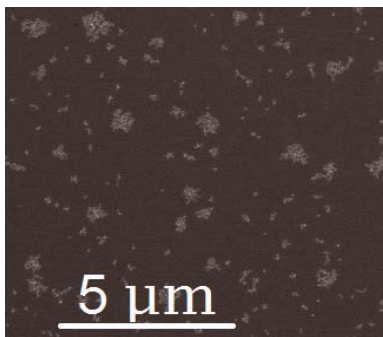


Рис. 2. Типичное изображение композитной пленки полимер-ДНА, полученное в РЭМ регистрацией вторичных электронов.

ДНА исследовались методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) в просвечивающем/растровом электронном микроскопе (ПРЭМ) «Titan 80-300» (FEI, США) в режиме светлого поля при ускоряющем напряжении 300 кВ (Рис. 1). В результате исследования было выявлено, что размеры наноалмазов лежат в диапазоне 2,5-3,5 нм, и, в большинстве случаев образуют конгломераты из 5-10 кристаллитов.

Пленки ДНА-полимер изучались методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронно-ионном микроскопе «Helios» (FEI, США) в режиме регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 2 кВ (Рис. 2). Для обработки изображений использовано программное обеспечение ImageJ. В результате работы получены: гистограммы распределения частиц композита по размерам; плотность распределения частиц на единице площади подложки; зависимости плотности распределения композита от скорости центрифугирования, расстояния от центра подложки и состава. Как оказалось, плотность распределения уменьшается с увеличением скорости вращения и увеличивается при удалении от центра образца, при этом при больших скоростях вращения отклонения плотности распределения ДНА от расстояния от центра образца незначительны.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 13-03-12276 офи-м.

1. *Houjin Huang, Liming Dai, David H. Wang, Loon-Seng Tan and Eiji Osawa* Large-scale self-assembly of dispersed nanodiamonds – J. of Materials Chemistry. – 2008. - V.18. - RC1347–1352
2. *Лебедев-Степанов П.В., Молчанов С.П., Васильев А.Л., Митрохин В.П., Юрасик Г.А., Алексенский А.Е., Дидейкин А.Т.* Формирование наноалмазных пленок из водных суспензий по технологии центрифугирования. ЖТФ (2015) - послано в печать
3. *Алфимов М.В., Лебедев-Степанов П.В., Хохлов П.Е.* Способ получения упорядоченных наноструктурированных пленок на основе наночастиц. – Пат. РФ 2387044. – Приоритет от 17.10.2008

Исследование модификации поверхности меламинаформальдегида методом РЭМ

В.А.Полищук^{1,2}, В.Ю.Карасев¹, А.П.Горбенко¹, Е.С.Дзлизева,
М.А. Ермоленко, М.М. Макар

¹ «Санкт-Петербургский государственный университет» 198504, Санкт-Петербург, Россия

² «Санкт-Петербургский университет информатики, точной механики и оптики» 197101, Санкт-Петербург, Россия

Исследование взаимодействия компонентов плазмы на поверхность частиц плазменно-пылевых структур представляют определенные сложности связанное, прежде всего, с невозможностью анализа такого воздействия непосредственно в плазме. Возможности оптических методов не решают такую задачу.

Нами использовались возможности растровой сканирующей электронной микроскопии для получения достоверной информации о модификации поверхности микрочастиц меламинаформальдегида (MF-R) в комплексной пылевой плазме [1]. На первой стадии в разрядной камере, используемой ранее для разделения полидисперсных частиц [2], создавалась плазменно-кристаллическая структура, состоящая из микрочастиц одного размера. Внутри разрядной камеры зажигался стратифицированный тлеющий разряд в Ne при $p_{Ne} = 0,3$ торр и токе 1,6 мА. Упорядоченная плазменно-пылевая структура создавалась из монодисперсных полимерных сферических частиц меламинаформальдегида (MF-R) размером 6,78 мкм. Область, где собирались частицы, была локализована в пространстве и за ней велось постоянное видеонаблюдение.

Затем частицы извлекались и подвергались анализу в РСЭМ Merlin Zeiss. Время пребывания частиц в плазме варьировалось от 5 до 20 минут.

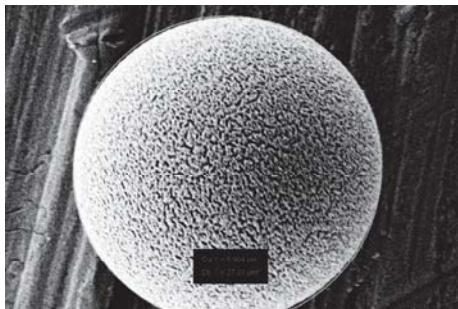


Рис. 1. Изображения СЭМ (Merlin Zeiss) меламинаформальдегида

Полученные изображения подвергались обработке и оценкам степени деградации поверхности с помощью пакета обработки изображений Gwiddion (64 bit). На поверхности изображений выделялись наиболее контрастные области одинаковых размеров для последующего анализа.

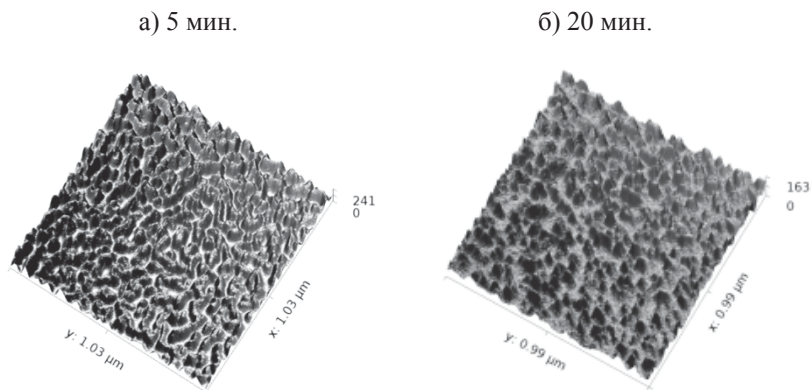


Рис. 2. 3-D изображения

3-D построение выделенных областей дает наглядное представление о степени деградации поверхности шариков в плазме в зависимости от времени экспозиции рис.2а,б.

Предложена модель модификации поверхности меламинформальдегида в комплексной плазме.

Работа частично поддержана государственным контрактом «Обеспечение проведения научных исследований» 2014/190 Мин.обр.науки. и поддержана грантом РНФ № 14-12-00094.

1. В.Е.Фортков, О.Ф.Петров, В.И.Молотков и др. // УФН 2004. Т.174. N.5. С.495-544
2. V. Yu. Karasev, E. S. Dзлиева, A. Yu. Ivanov, A. I. Éikhval'd, M.S. Golubev, M.A. Ermolenko. // Phys. Rev. E 79, 026406 (2009).

Катодолюминесценция свободных экситонов в нитриде галлия. Результаты математического моделирования

А.Н. Поляков¹, М.А. Степович^{1,2}, Д.В. Туртин²

¹ *Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского,*

г. Калуга, Россия

² *Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова, Ивановский филиал,
г. Иваново, Россия*

Описаны и исследованы математические модели трёхмерной диффузии и катодолюминесценции экситонов, генерированных узким электронным пучком в полупроводниковом материале. Показано, что полученная модель может быть применена для оценки коэффициента диффузии и подвижности свободных экситонов по результатам экспериментальных времяпролётных измерений для образцов, покрытых светонепроницаемой маской с круглыми отверстиями. При моделировании использовались параметры, характерные для нитрида галлия.

Проблема исследования транспорта экситонов в полупроводниковом материале вызывает интерес как с теоретической точки зрения описания физических процессов, так и с практической точки зрения технологии создания, совершенствования и применения полупроводниковых устройств. Ранее [1-4] нами было показано, что низкотемпературные времяпролётные катодолюминесцентные (КЛ) исследования транспорта экситонов для полупроводниковых образцов покрытых светонепроницаемой маской специальной геометрии позволяют получить информацию о действующих в материале механизмах рассеяния, которые затруднительно или невозможно выделить при традиционных электрических исследованиях транспорта носителей заряда (НЗ). Например, из анализа зависимости подвижности экситонов от температуры можно больше узнать о рассеянии на границах гетеропереходов или поверхности образца (влияние механических шероховатостей, дипольных моментов, поляризации). Такие механизмы рассеяния наиболее выпукло проявляют себя при низких температурах (до десятков Кельвинов). Для НЗ при таких температурах доминирует рассеяние на ионизированных примесях, в отличие от электрически нейтральных экситонов. Однако к недостаткам такого подхода стоит отнести применение для идентификации параметров материала (в первую очередь коэффициента диффузии экситонов) при анализе результатов эксперимента математической модели латеральной двумерной диффузии экситонов (и соответствующей ей модели КЛ). Такое упрощение корректно использовать лишь при

условии генерации экситонов в узкой (по сравнению с размерами экситонов и размерами образца) области образца. Например, в приповерхностной области образца в случае малых энергий РЭМ или в квантовой яме. В данной работе предыдущий результат будет обобщен на случай цилиндрической области генерации и трехмерной диффузии экситонов, что позволяет расширить область применения предлагаемого подхода.

Исследования проведены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Сменович М.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2011. №11. С. 35-40.
2. Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Сменович М.А. // Прикладная физика. 2012. №6. С. 41-46.
3. Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Сменович М.А. // Известия РАН. Серия физическая. 2012. Т. 76. №9. С. 1082-1085.
4. Noltemeyer M., Bertram F., Hempel T. et al // Journal of Materials Research. 2012. V. 27. Issue 17. Pp 2225-2231.

Мезоструктура поверхности аморфных металлических фольг на основе Fe

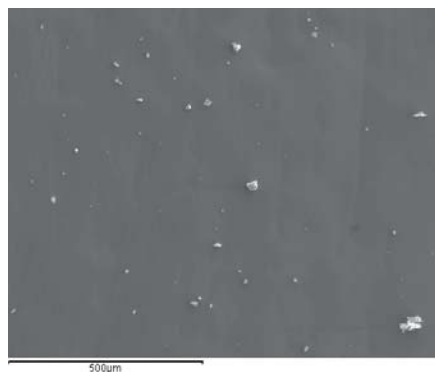
Д.А. Полянский, В.В. Ткачев, Г.С. Крайнова, В.С. Плотников,
А.В. Дубинец, Н.В. Ильин

Дальневосточный федеральный университет, г. Владивосток, ул. Суханова 8

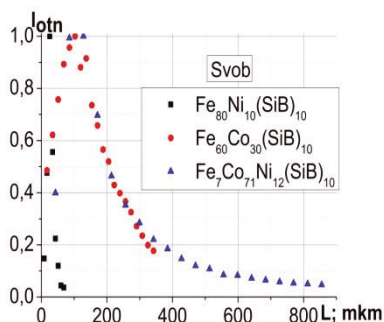
Сплавы, полученные методами быстрой закалки из жидкого состояния, обладают сложной структурой и вследствие этого нетривиальными, в том числе, структурно-чувствительными свойствами. Особый интерес представляет изучение корреляции морфологии поверхностей спиннингованных лент с их структурой на атомном уровне, фазовым составом.

В данной работе методами растровой электронной микроскопии (Carl Zeiss CrossBeam 1540XB) с использованием статистических методов исследования проведен анализ тополеоднородностей контактной к охлаждающему барабану и свободной от его влияния поверхностей металлических фольг на основе железа ($\text{Fe}_7\text{Co}_{71}\text{Ni}_{12}(\text{SiB})_{10}$, $\text{Fe}_{70}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$, $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{30}(\text{SiB})_{10}$), рис 1.

Обнаружено: фольга, не содержащая Co, имеет меньшие по размеру неоднородности, что отображается в дельтообразности функции распределения, рис.1б. При этом, такой характер распределения неоднородностей характерен для обеих поверхностей спиннингованных лент.



а)



б)

Рис. 1. Образец $\text{Fe}_7\text{Co}_{71}\text{Ni}_{12}(\text{SiB})_{10}$, свободная сторона а) РЭМ изображение; б) Распределение поверхностных неоднородностей по размерам.

Так же на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss CrossBeam 1540XB производился анализ элементного состава поверхности для фольги $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$, областей обнаруженных на свободной поверхности каверн, и анализ распределения элементов по толщине фольги. Распределение по толщине определялось на боковой стороне фольги, срез которой образуется при закаливании вдоль оси прокатки ленты, и на срезе, сделанном перпендикулярно направлению прокатки. Снималось несколько линий из десяти точек с шагом 1,8 мкм, пересекающих всю толщину фольги от свободной поверхности к контактной

На поверхности распределение элементов оказалось изотропным, средние значения близки к заявленным (Fe 78,9%, Ni 9%). В случае прохождения линии через каверны наблюдаются отклонения от среднего значения ~ 3-5%

Для торца спиннингованной ленты среднее содержание Fe и Ni составляет соответственно 59,5% и 6,7%. Обнаружена анизотропия распределения Fe, Ni, Co – увеличение содержания Fe и Ni на 8% и 1% при уменьшении Co на 10% до толщины 13 мкм и затем возвращение к первоначальным значениям. При изучении среза, перпендикулярного оси прокатки, показано, что среднее содержание Fe и Ni возрастает до 62% и 7,1% соответственно. Сохраняется слабо выраженная анизотропия распределения элементов по толщине, которая является одноосной.

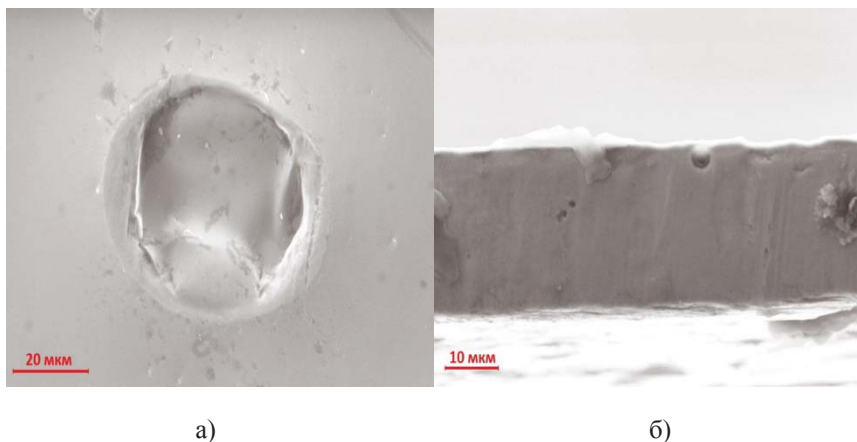


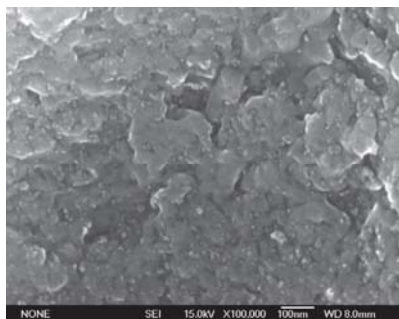
Рис. 2. Образец $\text{Fe}_{70}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$ а) РЭМ изображение каверны на свободной стороне фольги б) РЭМ изображение боковой стороны фольги.

Применение сканирующей электронной микроскопии для исследования структуры композиционных гранул с нанодиазными упрочняющими частицами

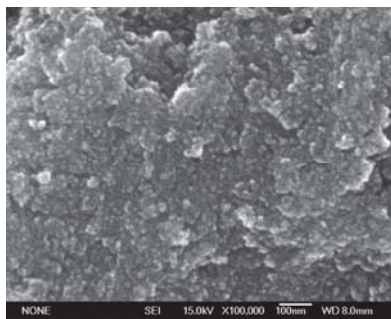
В.А. Попов

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Москва, Россия*

Первичные нанодиазные частицы размером 4-6 нм объединены в агломераты, размеры которых могут достигать сотен микрометров [1, 2]. Для разбиения агломератов и равномерного распределения неагломерированных первичных нанодиазных частиц в металлической матрице применяют механическое легирование – обработку в планетарных мельницах. В результате такой обработки образуются композиционные гранулы. Их структуру исследовали при помощи полевого эмиссионного сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-6700F. Рис.1 демонстрирует поверхности гранул композитов с матрицами из алюминия, цинка и упрочняющими неагломерированными нанодиазными частицами. На рис. 2 представлены изображения СЭМ поверхности (а) и поперечного сечения композиционной гранулы с медной матрицей и упрочняющими нанодиазными частицами. Сечение композиционной гранулы осуществляли ионным пучком, что позволило не исказить структуру гранулы. Отчетливо видно, что нанодиазные частицы находятся в неагломерированном состоянии.



а



б

Рис.1. Изображения СЭМ поверхности композиционных гранул с матрицей из алюминия (а) и цинка (б) и упрочняющими неагломерированными нанодиазными частицами

Это означает, что механическое легирование полностью разбивает агломераты и равномерно распределяет первичные наночастицы в металлической матрице.

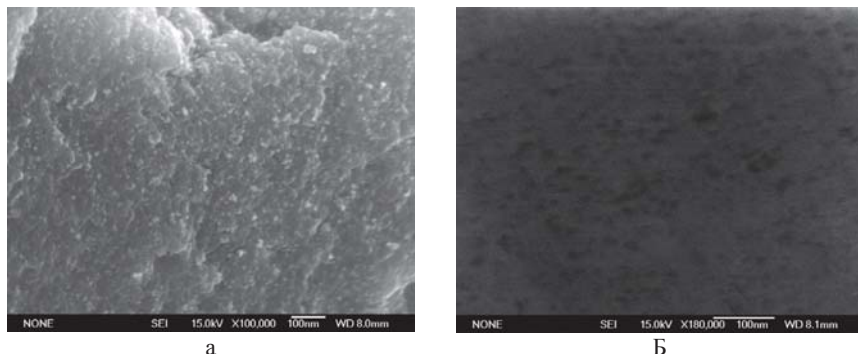


Рис.2. Изображения СЭМ поверхности (а) и поперечного сечения (б) композиционных гранул с медной матрицей и упрочняющими неагломерированными нанодIAMAZными частицами

На поперечном сечении нанодIAMAZы выглядят более темными, чем на поверхности гранулы. Это объясняется тем, что поперечное сечение гладкое, без выступов, а в этом случае химические элементы с более низким номером (в данном случае – углерод) выглядят темнее, чем элементы с более высоким номером (в данном случае – медь) [3]. На поверхности гранулы имеется рельеф: нанодIAMAZные частицы возвышаются над металлической поверхностью гранулы, а выступающие части на изображениях СЭМ выглядят более светлыми.

Список литературы

1. *V.A. Popov.* Metal matrix composites with non-agglomerated nanodiamond reinforcing particles. In: Xiaoying Wang (Ed.) "Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Applications», Nova Science Publishers, New York, 2013, pp.369-401.
2. *V. Popov, D. Töbrens, A. Prosviryakov.* Identification of non-agglomerated nanodiamonds inside metal matrix composites by synchrotron radiation. *Physica Status Solidi A*, 2014, v.211, No. 10, pp 2353–2358.
3. *J. Goldstein, D. E. Newbury, D. C. Joy, C. E. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, and J. R. Michael.* Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. Springer, Berlin, 2003.

Влияние режимов механического легирования на распределение наноалмазных упрочняющих частиц в композитах с матрицей из алюминия, цинка и олова

В.А. Попов¹, А.С. Просвиряков¹, Д.М. Матвеев², И.М. Карнаух¹, И.И. Ходос³,
Е.В. Вершинина⁴

¹ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»,
Москва, Россия*

² *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

³ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

⁴ *Московский государственный университет тонких химических технологий имени
М.В. Ломоносова, Москва, Россия.*

Агломерация наноалмазных частиц является основной причиной, сдерживающей широкое их применение в промышленности. При получении композиционных материалов механическое легирование позволяет полностью раздробить агломераты [1, 2] и получить равномерное распределение неагломерированных наноалмазных частиц в металлической матрице, в том числе и в алюминиевой (рис.1). Однако при обработке в планетарной мельнице более 8 часов возможно образование карбида алюминия (рис.2). Для предотвращения этого явления необходимо снижение времени обработки, что не всегда возможно выполнить. Было предложено основную операцию разбивания агломератов проводить при получении композитов с матрицей из цинка или олова (для случаев, когда эти металлы входят в состав требуемого сплава), а затем осуществлять обработку с добавлением алюминия. В этом случае время обработки композита с содержанием алюминия сокращается в 5-7 раз.

Исследования показали, что получение на промежуточном этапе композита с матрицей из цинка позволяет полностью раздробить агломераты наноалмазов и добиться их равномерного распределения в матрице (рис.3). Последующая совместная обработка с алюминиевым порошком или алюминиевыми композиционными гранулами с малым содержанием наноалмазов в течение 100-120 минут позволяет получить равномерное распределение неагломерированных наноалмазных частиц в алюминиевом сплаве.

Применение для этих целей олова не является эффективным приемом, так как образующиеся на поверхности гранул оксиды олова уже при низких температурах реагируют с углеродом, что приводит к снижению содержания наноалмазов. Взаимодействие углерода с оксидом цинка начинается

при температуре 900 °С, а с оксидом алюминия – при 1600 °С; следовательно, негативного воздействия эти оксиды на композиты с нанодиазными упрочняющими частицами не оказывают.

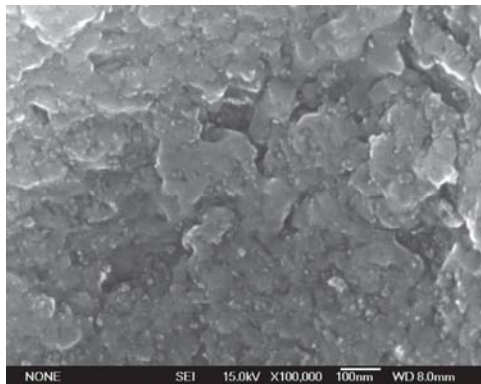


Рис.1. Поверхность композиционных гранул «алюминий + нанодиаз» (сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-6700F)

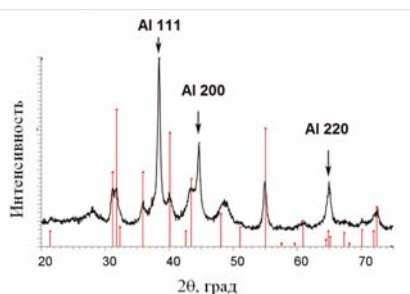


Рис.2. Дифрактограмма от образца «Al+НА» после 8 часов обработки: вертикальные линии указывают на дифракционные пики от карбида алюминия

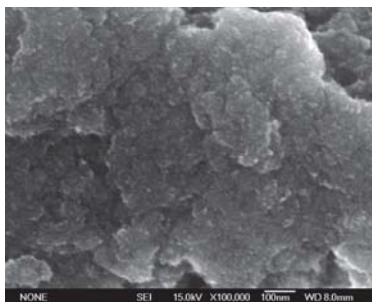


Рис.3. Поверхность композиционных гранул «Zn+25%НА» (сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-6700F)

1. *V.A.Popov.* Metal matrix composites with non-agglomerated nanodiamond reinforcing particles. In: Xiaoying Wang (Ed.) "Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Applications", Nova Science Publishers, New York, 2013, pp.369-401.
2. *V. Popov, D. Töbrens, A. Prosviryakov.* Identification of non-agglomerated nanodiamonds inside metal matrix composites by synchrotron radiation. *Physica Status Solidi A*, 2014, v.211, No. 10, pp 2353–2358.

Исследование нанокompозиционных покрытий методами сканирующей электронной микроскопии

В.А.Попов

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Москва, Россия*

Композиционные электрохимические покрытия обладают более высокими служебными характеристикам (например, износостойкостью) по сравнению с неупрочненными покрытиями [1]. Применение наноалмазов для упрочнения композиционных покрытий позволит снизить их толщину, так как размер первичной наноалмазной частицы равен 4-6 нм. Композиционные покрытия с наноалмазными упрочняющими частицами можно наносить электрохимическим способом [2, 3] и методом фрикционного плакирования [4]. Для получения электрохимических композиционных покрытий в настоящее время применяют агломерированные наноалмазные порошки, что может приводить к разрушению покрытий под воздействием деформаций. Предложена технологическая схема «механическое легирование – компактирование композиционных гранул в анод - электрохимический перенос материала анода на катод», которая позволяет получать композиционное покрытие с неагломерированными наноалмазными частицами. Раздробление агломератов (размер которых может достигать сотен микрометров) и равномерное распределение первичных наноалмазных частиц размером 4-6 нанометров осуществляют в процессе механического легирования – совместной обработки материала матрицы и наноалмазного порошка в планетарной мельнице в течение 4-6 часов. Полученные в результате механического легирования гранулы компактируют в объемный материал в виде анода. В гальванической ванне осуществляют перенос композиционного материала с анода на катод, в качестве которого выступает обрабатываемая деталь - основа. В процессе переноса наноалмазные частицы не агломерируются и в металлической матрице покрытия находятся также как и в материале анода - в неагломерированном состоянии. Исследование структуры получаемых покрытий с медной и никелевой матрицами и неагломерированными наноалмазными частицами при помощи сканирующей электронной микроскопии (рис.1) показало, что разработанное покрытие плотно прилегает к основе, поры, расслоения и другие дефекты отсутствуют.

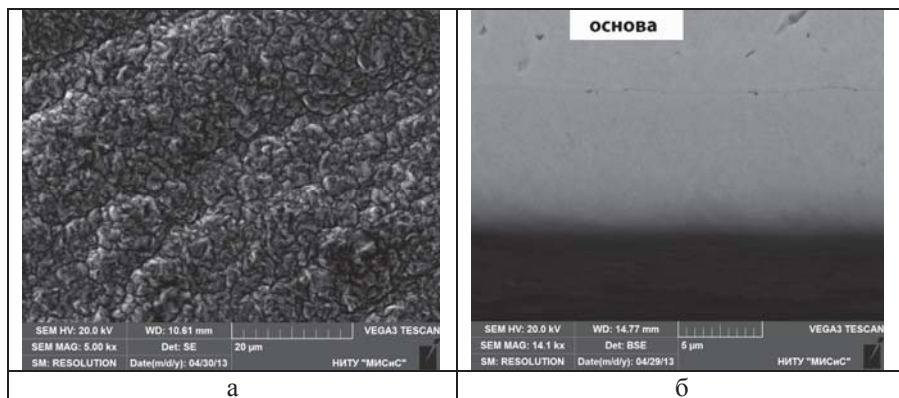


Рис.1. Композиционное электрохимическое покрытие с никелевой матрицей и неагломерированными наноалмазными частицами: а) общий вид (планар); б) поперечное сечение

1. *C.T.J. Low, R.G.A. Wills, F.C. Walsh.* Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit. *Surface and Coatings Technology.* 2006, Vol. 201. Is. 1-2. pp8 371–383.
2. *V. Popov, D. Töbrens, A. Prosviryakov.* Identification of non-agglomerated nanodiamonds inside metal matrix composites by synchrotron radiation. *Physica Status Solidi A*, 2014, v.211, No. 10, pp2353–2358.
3. *V. Popov.* “Mechanical alloying-compaction-electroplating” as technological scheme for the development of nanocomposite coatings. “*Acta Physica Polonica A*”, 2014, No.4, Vol. 126, pp.1005-1007.
4. *Попов В.А., Зайцев В.А., Белевский Л.С. и др.* Исследование структуры нанокompозиционных материалов и покрытий из них, нанесенных методом фрикционного плакирования. «*Материаловедение*», 2010, №4, стр. 52-59.

Окисление поверхности композиционных гранул с наноалмазными упрочняющими частицами

В.А.Попов

*Национальный исследовательский технологический университет «МИИСиС»,
Москва, Россия*

Применение механического легирования для получения гранул с неагломерированными наноалмазными упрочняющими частицами – это перспективный способ получения композитов [1, 2]. Рисунок 1 демонстрирует поверхность композиционных гранул «цинк+25% (объемных) наноалмазов» после механического легирования (СЭМ). Отчетливо видно, что все агломераты раздроблены, а первичные неагломерированные наноалмазные частицы равномерно распределены в металлической матрице. Однако, исследования показали, что в случае применения высокого содержания наноалмазов после извлечения композиционных гранул из барабанов планетарной мельницы, в которой осуществлялось механическое легирование и где они находились в атмосфере аргона, происходит интенсивное окисление поверхности гранул. Причем этот процесс может идти с образованием как кристаллических, так и аморфных оксидов. На рисунке 2 представлена дифрактограмма от композиционных гранул «цинк+25% (объемных) наноалмазов», которая указывает на наличие оксида цинка; в исходных материалах оксид цинка отсутствовал. Отмечено, что окисление протекает более интенсивно в случае повышения содержания неагломерированных наноалмазов на поверхности гранул. Существует несколько гипотез о механизме повышенного окисления после механического легирования:

- 1) В исходном состоянии поверхность наноалмазов покрыта различными функциональными группами. В процессе механического легирования происходит удаление их с поверхности наноалмазов и частичный перенос на поверхность композиционных гранул. При соприкосновении с воздухом протекают химические реакции с выделением тепла. Повышение температуры приводит к повышенному окислению металла матрицы.
- 2) Размер основной части наноалмазных частиц в исходном состоянии равен 4-6 нм, однако присутствуют и частицы с меньшими размерами (вплоть до 2 нм). В исходном состоянии такие частицы наблюдаются, а при исследовании поверхности гранул такие частицы обнаружены не были. Отсюда

возникло предположение, что такие частицы, обладающие повышенной поверхностной энергией вследствие своего малого размера (малого радиуса кривизны поверхности), при соприкосновении с воздухом окисляются с выделением тепла. Повышение температуры приводит к повышенному окислению металла матрицы.

3) Малым радиусом кривизны (следовательно, и повышенной поверхностной энергией) обладает не только наноалмазная частица, но и поверхность гранулы в местах внедрения наночастицы в металл. Причем увеличение содержания наноалмазов приводит к увеличению количества таких участков. Любая система стремится к снижению своей совокупной энергии, такое снижение возможно при протекании процесса окисления материала матрицы.

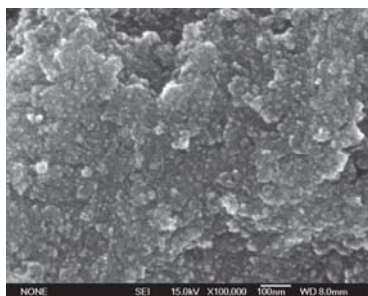


Рис.1. Поверхность композиционных гранул «Zn+25%HA» (сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-6700F)

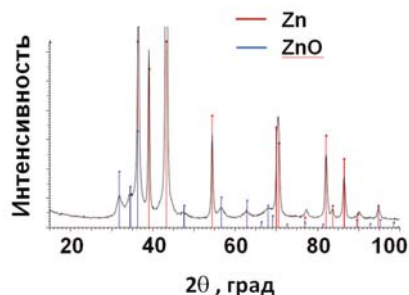


Рис.2. Дифрактограмма от композиционных гранул «Zn+25%HA»

Список литературы

1. *V.A.Popov.* Metal matrix composites with non-agglomerated nanodiamond reinforcing particles. In: Xiaoying Wang (Ed.) "Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Applications», Nova Science Publishers, New York, 2013, pp.369-401.
2. *V.A.Popov, B.B.Chernov, A.S.Prosviryakov, V.V.Cheverikin, I.I.Khodos, J. Biskupek, U. Kaiser.* New mechanical-alloying-based technological scheme for producing electrochemical composite coatings reinforced with non-agglomerated nanodiamond particles. Journal of Alloys and Compounds, 2014, Vol. 615, Suppl. 1, pp S433-S436.

Исследование формирования наночастиц в кремнии методом легирования ионами цинка большой дозой с помощью РЭМ, ПЭМ и АСМ

В.В. Привезенцев¹, Н.Ю. Табачкова², К.Б. Эйдельман², С.В. Ксенич²,
А.А. Батраков³

¹ Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия

² Национальный исследовательский университет «МИСиС», Москва, Россия

³ Национальный исследовательский университет «МЭИ», Москва, Россия

Наночастицы (НЧ) металлов и их окислов, синтезированные в различных полупроводниковых и диэлектрических матрицах, могут найти применение в современной микро- и оптоэлектронике при создании УФ детекторов или лазеров, электролюминесцентных дисплеев, солнечных элементов, газовых датчиков, приборов памяти (мемристоров) и т.п. [1]. Для этих целей синтез НЧ можно производить с помощью метода ионного легирования [2-4] поскольку он позволяет точно контролировать дозу имплантированной примеси и создавать ее концентрации гораздо выше предела растворимости. Представлены результаты формирования НЧ в Si, легированном ионами Zn с последующей термообработкой в кислороде.

Пластины CZ-n-Si(100) были имплантированы ионами $^{64}\text{Zn}^+$ с дозой $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и энергией 50кэВ. Затем пластины были изохронно отожджены в течение 1 часа в кислороде при температурах от 400 до 1000°C.

Топография поверхности образцов была исследована с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Auriga (ZEISS) в режиме вторичной эмиссии (ВЭ), а также с помощью сканирующего туннельного микроскопа NTEGA (NT-MDT) в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ). Анализ поперечных сечений имплантированных слоев проводился с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ ВР) в сочетании с электронографией (ЭД) и энерго-дисперсионной спектроскопией (ЭДС) на приборе JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200кВ. Фазовый состав исследовался методом Оже электронной спектроскопии (ОЭС) с помощью модуля электронно-ионной спектроскопии на базе платформы Нанофаб 25 (NT-MDT). Энергетическое разрешение используемого в модуле спектрометра электронов SPECS Phoibos 225 по линии Ag 3d5/2 составляло 0,78эВ, для немонохроматического рентгеновского излучения Mg K_α. Для послыогоного анализа спектров ОЭС по глубине образцов применялось травление поверхности со скоростью 1нм/мин с помощью пучка ионов Ag⁺ диаметром 0,7мм с разверткой 2,8×4,0мм² с энергией 3кэВ, падающих под углом 50° к нормали поверхности образца.

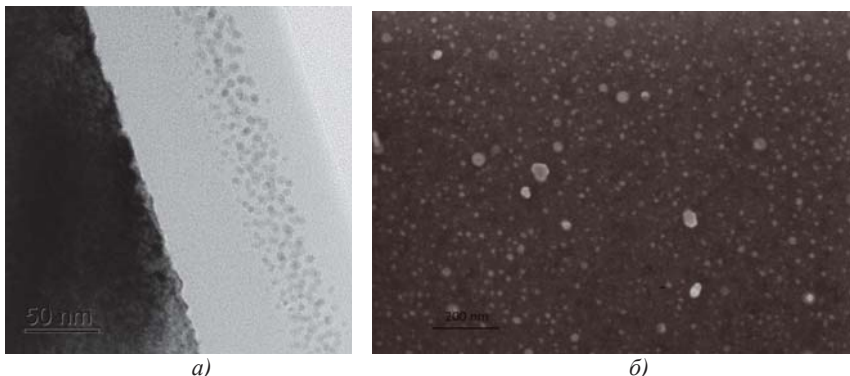


Рис. 1. ПЭМ-изображение поперечного сечения образца после имплантации Zn (а) и РЭМ-ВЭ изображение поверхности после отжига при 800°C (б).

Из РЭМ-ВЭ и АСМ исследований топологии установлено, что после имплантации поверхность образца достаточно однородна. Из ПЭМ-изображений следует, что после имплантации образуется поверхностный аморфизованный слой Si толщиной около 100нм, в котором образуются НЧ аморфного Zn (Рис.1,а). Эти НЧ расположены вблизи максимума распределения имплантированного Zn на глубине $R_p=40.7$ нм (согласно SRIM моделированию [5]). Наличие фазы цинка подтверждается данными ЭДС и ОЭС. При термообработке в кислороде в диапазоне температур 600-900°C происходит постепенный отжиг радиационных дефектов и уменьшение толщины аморфизованного слоя, который полностью исчезает после отжига при 900°C. Из исследования морфологии поверхности следует, что при отжиге при температуре 700°C и более поверхность начинает структурироваться: на ней формируются НЧ с поперечным размером 20-50нм (Рис.1,б) и средней высотой $R_q=6,2$ нм (по данным АСМ). Из спектров ОЭС вблизи перехода цинка $L_3M_{45}M_{45}$ с энергией 261,2эВ следует, что на поверхности образца находится фаза ZnO, но по мере продвижения вглубь подложки наблюдается переход от фазы ZnO к фазе металлического Zn на глубине 30нм. При температуре отжига 900°C и более НЧ на поверхности образца начинают разрушаться, а после отжига при 1000°C они совсем исчезают.

1. Metal Oxide Nanostructures and Their Applications. Ed. by A. Umar and Y.-B. Hahn. Chonbuk National University, S. Korea, 2010.
2. Y.Y. Shen, X.D. Zhang, D.C. Zhang et al. Mater. Lett., 2011, **65**, 3323-3326.
3. C.L. Liu, H. Zhao et al. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, 2014, **326**, 23-27.
4. V. Privezentsev, A. Shemukhin et al. Sol.-St. Phen., 2014, **205-206**, 502-508.
5. J.F. Ziegler, J.P. Biersack. SRIM 2008 (<http://www.srim.org>).

Локальный атомный порядок аморфных сплавов CoP-CoNiP по данным дифракционного анализа

Е.В. Пустовалов¹, Е.Б. Модин¹, А.В. Федорец¹, А.Н. Дубинец¹,
С.С. Грабчиков², В.С. Плотников¹

¹ Дальневосточный федеральный университет, 690950, г. Владивосток, Суханова 8

² «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению,
220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь

Согласно литературным данным [1] кристаллизация в сплавах системы CoP-CoNiP происходит при температурах 520-550 С. Тонкие пленки указанных составов имеют тенденцию к снижению температуры кристаллизации на 20-60С, скорость нагрева оказывает меньшее влияние. Дифракционные методы являются эффективными неразрушающими экспресс-методами получения данных о состоянии структуры аморфных и нанокристаллических твердых тел. Для описания структуры часто используется функция радиального распределения (ФРП) и функция распределения плотности (ФРП) [2].

Были проведены серии “in-situ” экспериментов по нагреву, в колонне просвечивающего электронного микроскопа Libra 200 HR FE, образцов сплавов CoP-CoNiP в диапазоне температур 150-350С. В процессе эксперимента регистрировались картины электронной дифракции. На рис.1 приведены фрагменты дифракционных картин сплава CoNiP при различных температурах. Для вычислений использовался пакет RDTTools [3] для программы DigitalMicrograph [4]. Расчет ФРП и ФРП выполнялся для состава Co₈₀P₂₀ с удельной плотностью сплава $8 \cdot 10^3$ кг/м³. Анализ функций ФРП и ФРП показывает наличие атомов в структуре на расстояниях 0,25; 0,35; 0,42 и 0,49 нм с координационными числами (КЧ) 11,2; 4,6; 24,0; 24,7 соответственно. Радиусы координационных сфер (КС) хорошо согласуются с данными для структуры кобальта в кубической и гексагональной модификации. Высокие КЧ третьей и четвертой КС позволяют говорить о преимущественно кубической структуре локального окружения атомов сплава CoP.

Радиусы КС, структуры сплава CoP отожженного при 200С, составляют 0,25; 0,33; 0,42; 0,49 нм и КЧ 10,7; 4,8; 23; 21,9, соответственно, что наиболее близко соответствует локальной структуре кубической фазы кобальта. С увеличением степени релаксации структуры и начала кристаллизации первая КС становится менее размытой, ее ширина уменьшается с 0.046 до 0.038 нм, локализуются вторая, третья и четвертая КС. Координационные числа соответствуют кубической структуре. В отличие от сплава CoP, отжиг сплавов системы CoNiP приводит к размытию первой КС, что обусловлено появлением соединений Ni-P с расстояниями между атомами в

диапазоне 0,21 – 0,28 нм. Увеличивается радиус второй КС до с 0,33 до 0,36 нм, разброс радиусов третьей КС уменьшается, а четвертая КС начинает расщепляться на две. В среднем расстояния между координационными сферами в соединениях Ni-P меньше, чем у соединений Co-P, что приводит к большей устойчивости структуры.

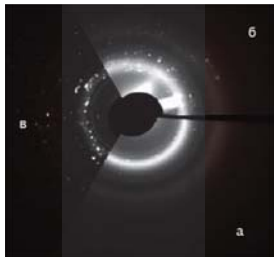


Рис. 1. Фрагменты картин электронной дифракции (Libra 200 FE HR) сплава CoNiP: а) 250°C; б) 300°C; в) 350°C.

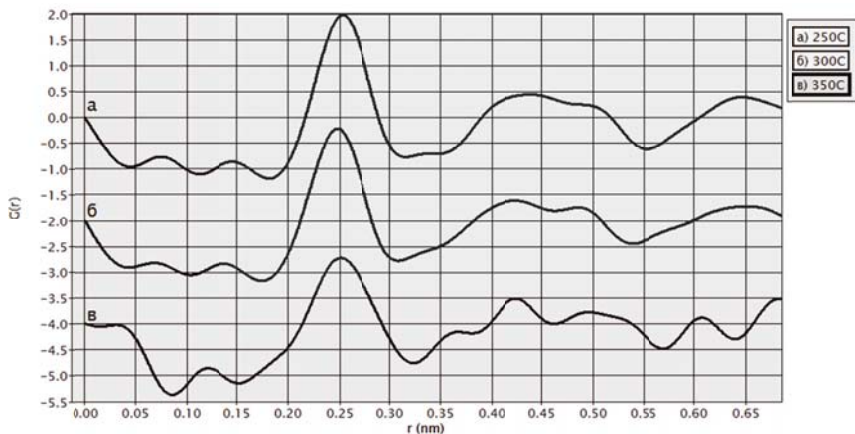


Рис. 2. Функции распределения плотности для сплава CoNiP: а) 250°C; б) 300°C; в) 350°C.

1. С.С. Грабчиков *Аморфные электролитически осажденные металлические сплавы.*/ Грабчиков С.С. –Мн.: Изд. центр БГУ, 2006. – 188с.
2. *Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия.*/ Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А., Уманский Я.С. – М.: Металл., 1982 г., 632 с.
3. D. R. G. Mitchell and T. Petersen. Microscopy Research and Technique, <http://dx.doi.org/10.1002/jemt.21038>
4. <http://www.gatan.com>
5. Работа выполнена при поддержке ДВФУ и Министерством образования и науки РФ (госзадание №559)

Лазерное повреждение поверхности оптических монокристаллов германия

В.Е. Роголин¹, И.А. Каплунов², Р.М.Гречишкин², А.И.Иванова²

¹ ФГУП «НПО Астрофизика» 123424, г. Москва, Волоколамское ш-е, 95/3

² Тверской государственный университет 170100 г.Тверь, ул.Желябова, 33.

Успехи в создании лазеров с гигантскими импульсами излучения инициировали большое количество исследований влияния лазерного облучения на физические свойства различных оптических материалов [1,2]. Интерес к этим вопросам обусловлен в значительной степени потребностями лазерной техники, так как эффекты лазерного разрушения проявляются в первую очередь в изменении оптических свойств. Сравнительный анализ показывает, что монокристаллы Ge обладают наилучшим сочетанием физико-химических и механических свойств [1-3], благодаря чему германий считается одним из самых перспективных материалов для прозрачной оптики импульсных CO₂-лазеров. В настоящей работе изучались бездислокационные кристаллы и образцы промышленного германия марки ГМО.

Образцы для исследованийготавливались по стандартной технологии, принятой в оптической промышленности. Структура изучалась методами РЭМ (JEOL 6610LV), микроанализа (Oxford Instruments), оптической металлографии (Zeiss Axiovert) и 3D интерферометрии (NanoMap 1000WLI, USA.). Плотность мощности импульса излучения CO₂-лазера варьировалась в диапазоне $W_{p1} = 2 \times 10^6 \dots 4 \times 10^8$ Вт/см².

На рисунке 1 приведены в качестве типичного примера микрофотографии кратеров, образовавшихся после воздействия импульсов с плотностью мощности 20 и 40 МВт×см². Отчётливо видно почти правильное кольцо из иглообразных формирований, ориентированных в направлении <110>. Внешний диаметр кольца большего кратера составляет ~230 мкм, а меньшего – 130...150 мкм. Эти игольчатые образования, по-видимому, являются частицами германия (возможно, и окиси германия), испарённого из кратера и осаждённого на поверхности образца.

На выходной поверхности образцов, подвергавшихся воздействию излучения сверхпороговой интенсивности, также наблюдаются повреждения, но они гораздо слабее. Было обнаружено, что для германия характерна высокая скорость накопления допороговых повреждений, которые возникают в результате воздействия лазерным импульсом, практически не искажающимся при прохождении через кристалл

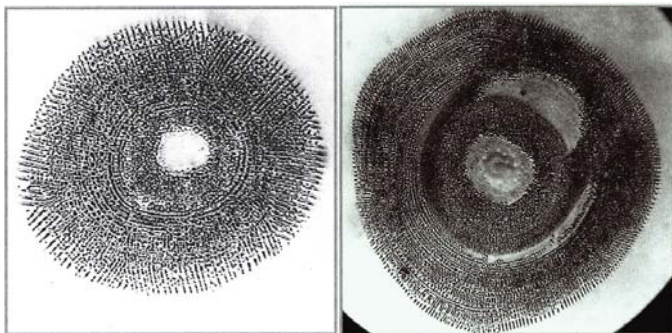


Рис.1. Микрофотографии кратеров после воздействия импульсов

Результаты проведённых исследований особенностей повреждения поверхности монокристаллов Ge излучением мощного импульсного CO_2 -лазера показали, что в диапазоне амплитудных значений плотности мощности излучения $2 \times 10^6 \dots 4 \times 10^8 \text{ Вт см}^{-2}$ реализуются два основных типа повреждений. При $W_{\text{P1}} < 4 \times 10^7 \text{ Вт см}^{-2}$ наблюдаются очаги локальных микроразрушений приповерхностного слоя, а при больших нагрузках в зоне воздействия происходит оплавление слоя глубиной $1 \dots 3 \text{ мкм}$. Локальные микроразрушения, возникающие при $W_{\text{P1}} < 4 \times 10^7 \text{ Вт см}^{-2}$, вследствие пробоя либо на поглощающих микронеоднородностях типа кластеров, находящихся в приповерхностном слое, либо на дефектах оптической обработки, являются результатом микровзрыва. Эти микровзрывы приводят к образованию кратеров на поверхности, окружённых характерной плёнкой продуктов выброса. На поверхности вокруг кратеров может наблюдаться волновая картина, являющаяся, видимо, результатом действия поверхностных ударных волн, возникающих при взрыве, с давлением на фронте выше предела упругости материала. Воздействие лазерного излучения с плотностью мощности более $4 \times 10^7 \text{ Вт см}^{-2}$ приводит к возникновению лавинного пробоя в приповерхностном слое германия глубиной $1 \dots 3 \text{ мкм}$. Поглощение на неравновесных носителях заряда приводит к выделению большей части энергии лазерного импульса в этом слое, что предохраняет объём оптического элемента от поражения излучением сверхпороговой интенсивности. Благодаря этому эффекту детали из германия повреждаются излучением лишь частично, что позволяет полностью восстанавливать их после переполровки.

1. А.А. Маненков, А.М. Прохоров. УФН, 1986, Т. 148, С. 179-200.
2. A. Singh Kapoor, K.N. Tripathi Optics&Laser Technology, 2003, 35. P.87.
3. V.E. Rogalin, I.A. Kaplunov, I.K. Babaev, Yu.M. Vaskovsky, M.I. Zhavoronkov, V.M. Ivanov, A.S. Korenev J. Nano- and Electronic Phys., 2014. 6, P.03004.

Применение методов ВРЭМ и РСМА для контроля структурообразования в композитах ПТФЭ при воздействии гамма-излучения выше температуры плавления кристаллитов

Н.В. Садовская, С.Ю. Обвинцев, М.А. Арсентьев, С.А. Хатипов

АО Ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский физико-химический институт им. Л. Я. Карпова. г. Москва, пер. Обуха, д.3, Россия

Проведено исследование надмолекулярной структуры и морфологии композитов ПТФЭ до и после радиационного модифицирования методами электронной микроскопии высокого разрешения, рентгеноспектрального микроанализа и ДСК. Исследовали композиты с органическими и неорганическими микродисперсными (10 - 50 мкм) наполнителями: частицами литейного кокса, стекловолокна, углеволокна, флубона, графита, бронзы, дисульфида молибдена, оксида кобальта. В качестве полимерной матрицы использовали порошок высокомолекулярного ПТФЭ суспензионной полимеризации (ММ 5×10^6). Состав композитов варьировали в интервале 2-60 вес.%. Исследуемые наполнители можно было условно разделить на две группы: с низкой и высокой энергией поверхности. К группе с низкой поверхностной энергией относятся: углеволокно, кокс, графит, флубон. Высокой поверхностной энергией обладают неорганические наполнители: оксид кобальта, дисульфид молибдена, бронза, стекловолокно.

Радиационное модифицирование композитов проводили гамма-квантами Co-60 при температуре выше температуры плавления кристаллической фазы полимерной матрицы-335 °С. Доза облучения составляла 200 кГр. Морфологию сколов, полученных в жидком азоте, исходных и облученных образцов композитов исследовали в сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM-7500 F фирмы JEOL. Изображения получали в режиме вторичных электронов (при энергии первичного пучка 5 кэВ разрешение составляло 1 нм). Для определения элементного состава использовали энергодисперсионный анализатор INCA PENTA FET 3 в комплекте к растровому электронному микроскопу. Показано, что надмолекулярная структура композитов до радиационного модифицирования характеризуется существованием фибриллярных ламелей в полимерной матрице толщиной 0.3- 1мкм, длиной до 3 мкм, отсутствием смачивания частиц наполнителя полимером, наличием межфазового расслоения наполнителя и полимера (Рис. 1а. Рис. 2а) Частицы наполнителя не влияют на характеристики фазового перехода в полимере – температуру и энтальпию.

Радиационное модифицирование композитов выше температуры плавления кристаллической фазы – 335 град приводит к существенному изменению структуры композитов ПТФЭ. На мезоуровне, как в не наполненном ПТФЭ, так и его композитах, наблюдается переход от пластинчатой упаковки фибрилл к центрально-симметричной. Размер сферолитов с радиальной ориентацией фибрилл составляет 10– 50 мкм и варьируется в зависимости от природы наполнителя (Рис. 16. Рис. 26). Влияние наполнителей сказывается на формировании сферолитов, в которых они выступают в качестве центров структурообразования. Одновременно происходит резкое улучшение смачивания частиц наполнителя полимером

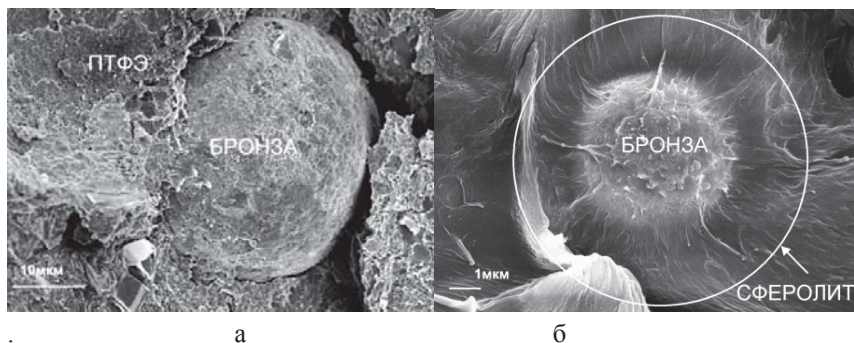


Рис. 1. ВРЭМ изображения сколов композитов ПТФЭ – бронза : а- до и б-после радиационного модифицирования в расплаве дозой 200 кГр.

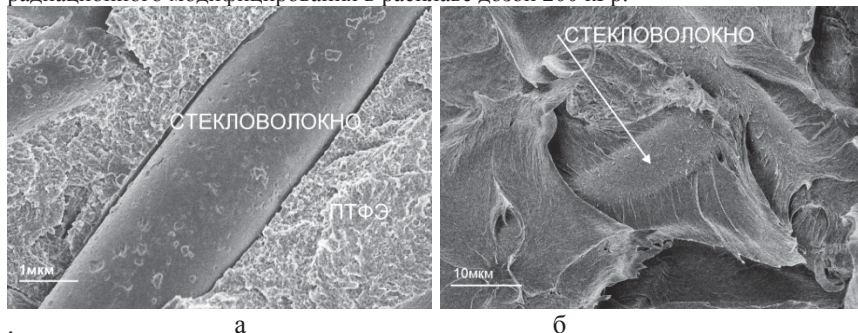


Рис. 2. ВРЭМ изображения сколов композитов ПТФЭ – стекловолокно : а- до и б-после радиационного модифицирования в расплаве дозой 200 кГр.

Исследование микроскопических характеристик полиметилметакрилата с наночастицами серебра, сформированного методом ионной имплантации.

И.Р. Сафина¹, И.Б. Аксенов¹, А.Р. Бадрутдинов¹, Е.В. Нуждин¹,
В.И. Нуждин², В.Ф. Валеев², А.Л. Степанов²

¹ «Казанский национальный технический университет имени А.Н. Туполева-КАИ»,
420111, Казань, К.Маркса 31/7

² «Казанский физико-технический институт имени Е.К. Завойского КазНЦ РАН»,
420029, Казань, ул. Сибирский тракт, д. 10/7

В работе приведены результаты исследования методами микроскопии полиметилметакрилата с наночастицами серебра, синтезированными методом ионной имплантации. Создание и исследование новых типов композитных материалов на основе полимеров, содержащих металлические наночастицы на сегодняшний день представляется актуальной задачей. Данные композитные материалы могут применяться в различных областях, например оптоэлектронике, магнитооптике, сенсорике и др.

Метод ионной имплантации позволяет обеспечить введение одиночных примесей атомов металла в приповерхностный слой полимера на глубину до нескольких микрон. Настоящая работа направлена на формирование и изучение композиционной структуры, состоящей из отдельных наночастиц серебра в объеме полиметилметакрилата (ПММА). Для этого были проведены микротопографические исследования поверхности полиметилметакрилата с помощью атомно-силовых микроскопов Bruker Innova и Innova VS fastscan. С целью получения дополнительной информации об имплантированной поверхности полимера были выполнены исследования на профилометре ContourGT-K (рис.1) и оптическом микроскопе Carl Zeiss Axio Imager Z2m.

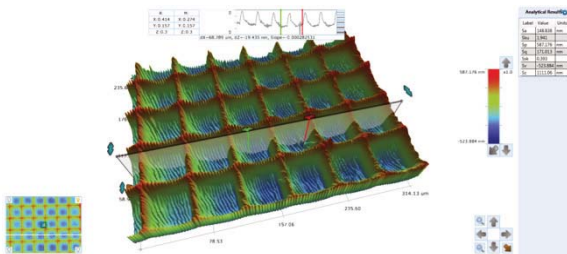


Рис 1. Топография ПММА с нанесенной маской.

Композитный материал на основе ПММА с наночастицами серебра был получен методом ионной имплантации ионов Ag^+ с энергией 30 кэВ и плотностью ионного тока 2 мкА/см^2 . С целью оценки эффектов набухания или распыления полимера во время облучения на образец была наложена сетчатая маска с квадратными ячейками размером $40 \times 40 \text{ мкм}$. По результатам исследования было установлено, что имплантация ведет к распылению поверхности полимера и, как следствие, формируется ступенька между облученными и необлученными участками ПММА. (рис.3). При этом контролировалось формирование наночастиц серебра на облучаемых участках ПММА (рис. 2). По полученным микроскопическим картинам была проведена количественная оценка распределения наночастиц серебра по размерам. Дальнейшие микроскопические исследования будут направлены на оптимизацию режимов и условий ионной имплантации для обеспечения контролируемого и воспроизводимого синтеза металлических наночастиц в матрице полимера.

Работа была поддержана грантом РФФИ № 12-02-000528

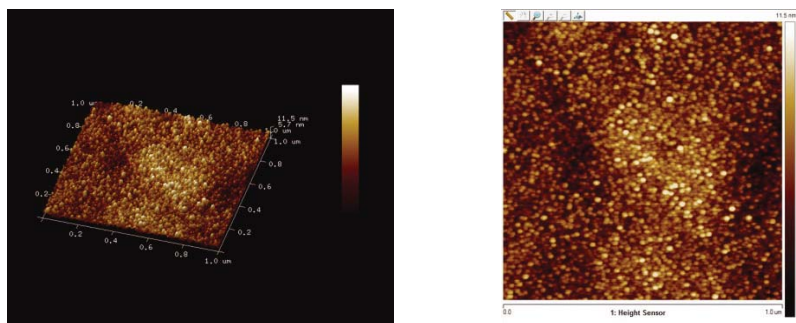


Рис. 2. Распределение наночастиц

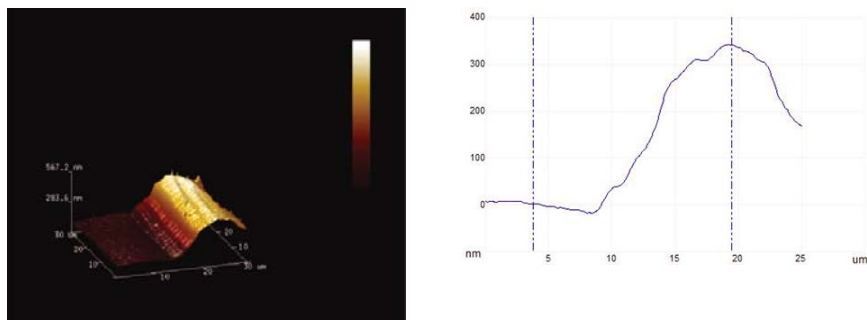


Рис. 3. Ступень между маской и основным ПММА

Характеризация моноклинной фазы в тонких пленках ЦТС в области морфотропной фазовой границы.

С.В. Сенкевич¹, И.П. Пронин¹, Е.Ю. Каптелов¹, В.П. Пронин²,
А.Г. Канарейкин², В.М. Стожаров²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул. 26, Россия

² Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена,
191186, Санкт-Петербург, набережная реки Мойки 48, Россия

Исследования последних лет показали, что в объемных свинецсодержащих твердых растворах на основе титаната свинца в области морфотропной фазовой границы располагается моноклинная модификация сегнетоэлектрической фазы, которая ассоциируется с экстремальными диэлектрическими, пьезоэлектрическими, пирозлектрическими и другими физическими параметрами. Тонкие пленки этих растворов исследованы мало. В качестве объектов исследования выбраны тонкие пленки твердых растворов цирконата-титаната свинца ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$ или ЦТС), полученные методом ВЧ магнетронного распыления керамической мишени на «холодные» платинированные кремниевые подложки и последующим отжигом при высокой температуре. При изготовлении конденсаторных структур были использованы платиновые электроды. Состав керамической мишени соответствовал концентрационной области фазовой трансформации из ромбоэдрической модификации сегнетоэлектрической фазы в тетрагональную. Тонкое варьирование составов тонких пленок (изменение концентрации атомов Zr (Ti) на 1-2%) достигалось изменением давления рабочего газа и расстоянием от мишени до подложки и позволяло просканировать необходимую область изменения концентраций атомов, входящих в состав тонких слоев.

Для определения фазового состояния тонких пленок использовалась оптическая микроскопия, рентгеноструктурный анализ и дифракция быстрых электронов. Микроструктурные исследования проводились на растровом электронном микроскопе EVO-40, а состав выявлялся с помощью энергодисперсионной приставки INCA. Для измерения диэлектрических свойств (диэлектрическая проницаемость и потери) использовался измеритель иммитанса E7-20. Фазовый анализ показал, что тонкие пленки характеризуются смесью моноклинной и тетрагональной модификаций сегнетоэлектрической фазы. Обсуждается связь изменения состава, фазового состояния тонких пленок с микроструктурой и диэлектрическими свойствами.



Структуро- и фазообразование при формировании ионно-плазменных вакуумно-дуговых покрытий, адаптируемых к меняющимся условиям трения

В.С. Сергевниц, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, Ю.Г. Зудина

НИТУ «МИСиС», г. Москва, Ленинский проспект, 4

Анализ современного состояния в области создания износостойких покрытий свидетельствует о том, что на сегодняшний день нет универсальных подходов, дающих возможность предложить покрытия, которые могли бы эффективно сопротивляться изнашиванию в меняющихся условиях трения.

Одним из способов создания адаптивных покрытий является введение в их состав компонентов, образующих при нагреве оксиды, выполняющие роль твёрдой смазки. Например, содержание в покрытии молибдена, вольфрама или ванадия приводит к значительному снижению коэффициента трения за счет образования в процессе работы их оксидов MoO_3 , WO_3 и V_2O_5 , являющихся фазами Маньели, характеризующимися низким усилием сдвига атомных плоскостей и в силу этого обладающими хорошими антифрикционными свойствами. Эти оксиды выступают в качестве твердых смазывающих фаз при трении и снижают износ трущихся поверхностей.

Покрытия состава Ti-Al-Mo-N с различными концентрациями компонентов и фазовым составом были получены методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения. Регулирование фазового состава получаемых покрытий при их осаждении достигается за счёт изменения давления реакционного газа-азота в рабочей камере и энергии напыляемых ионов путем варьирования напряжения смещения, подаваемого на подложку. В составе покрытия образуются нитриды титана- TiN_x и молибдена- MoN и Mo_2N при разном их количественном соотношении.

Твёрдость полученных покрытий Ti-Al-Mo-N достигает 40 – 45 ГПа, что превышает твердость TiN приблизительно в 2 раза, а их работа пластической деформации достигает 60 %. Такое повышение твердости и при этом высокая пластичность покрытий связаны с их наноструктурированием. Средний размер зерен нитридных составляющих полученных покрытий характеризуется значениями 30 – 40 нм (рис.1,2).

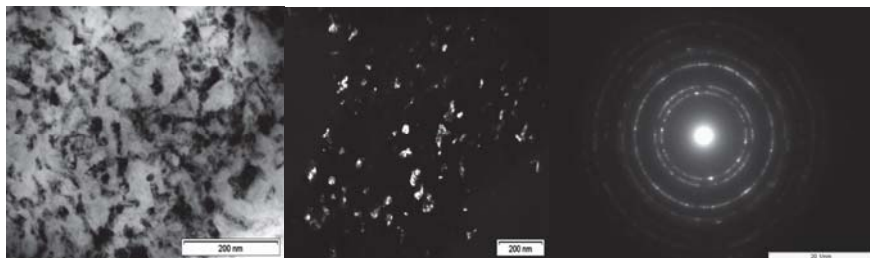


Рис. 1. Светлопольное и темнопольное изображения и электронограмма покрытия $\text{Ti}_{37}\text{Al}_1\text{Mo}_9\text{N}_{53}$

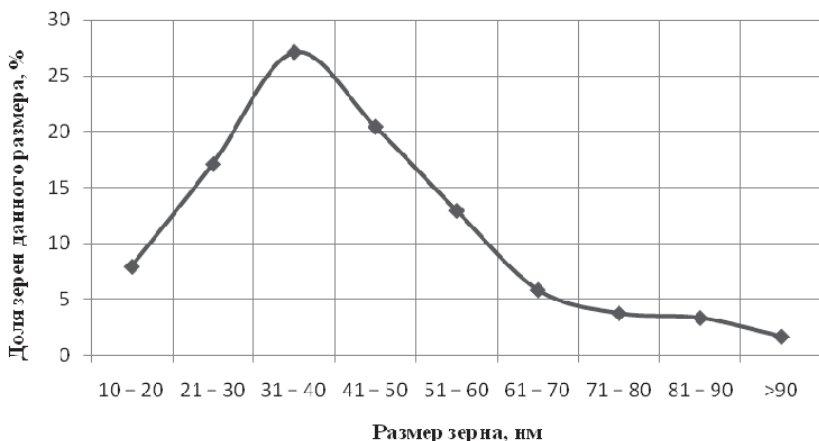


Рис. 2. График распределение зерен по размеру

Данные покрытия характеризуются высокими трибологическими свойствами при комнатной и повышенной температуре, достигающей 500 °С. Коэффициент трения полученных покрытий равен 0,30 – 0,35 против значений 0,62 для покрытий из TiN и 0,75 для твердосплавной основы без покрытия. Снижение коэффициента трения в зоне контакта и, следовательно, изнашивания рабочих поверхностей связано с образованием в зоне трения оксида MoO_3 , работающего в качестве твердой смазки.

Установлен когезионный механизм разрушения наноструктурированных покрытий Ti-Al-Mo-N , что говорит о хорошей их адгезии к подложке и подтверждает полученные результаты о высокой вязкости разрушения.

Особенности формирования межфазной границы при лазерной сварке разнородных материалов

А.И. Смирнов, А.А. Никулина, А.А. Чевакинская, Т.А. Калашникова

*ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет»,
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, Россия*

Сплавы на основе алюминия и титана активно используются в различных отраслях промышленности. Комбинированные сварные конструкции на основе этих сплавов позволяют уменьшить вес и цену изделия, повысить прочность и коррозионную стойкость, что является особенно актуальным для автомобильной промышленности и самолетостроения [1-3]. Однако при формировании сварных соединений из этих сплавов возникает проблема, связанная с формированием хрупких интерметаллидов на границе раздела разнородных материалов в процессе их сварки. Работы, проведенные различными исследователями в этом направлении, показали, что решение этой проблемы может заключаться в использовании лазерной сварки на высокой скорости, а также нагрева места соединения за счет теплопроводности, а не энергии лазера [4-6].

Цель данной работы заключалась в исследовании особенностей строения межфазной границы при сварке сплавов ВТ6С и АМг6 на скоростях 100 - 200 мм/с при мощности лазерного излучения 5000 Вт и отступе луча в сторону алюминия. Сварку осуществляли на установке Erlaser Weld лазером Rofin DS030 HQ с длиной волны 1064 нм без присадочного материала (СилТ СПБГПУ). Структурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP в режиме обратноотраженных электронов с использованием энергодисперсионного анализатора Oxford Instruments EDS X-Act.

При скорости 100 мм/с сварной шов характеризуется наличием прослойки на межфазной границе и большого количества областей перемешивания материалов в зоне сплавления (рис. 1 а). В данных областях возможно образование интерметаллидов различного состава, которые могут существенно снизить трещиностойкость сварных соединений. Сварка на скорости 200 мм/с при такой мощности приводит к непровару (рис. 1 б). При скорости сварки 150 мм/с области перемешивания в зоне сплавления практически отсутствуют. Основное взаимодействие материалов происходит на границе раздела, в результате чего формируется прослойка толщиной 7 - 10 мкм (рис. 1 в). Данные структурных исследований подтверждаются результатами микрорентгеноспектрального анализа (рис. 1 г).

Таким образом, увеличение скорости сварки позволяет существенно снизить перемешивание материалов, что снижает вероятность формирования интерметаллидных областей в сварном шве.

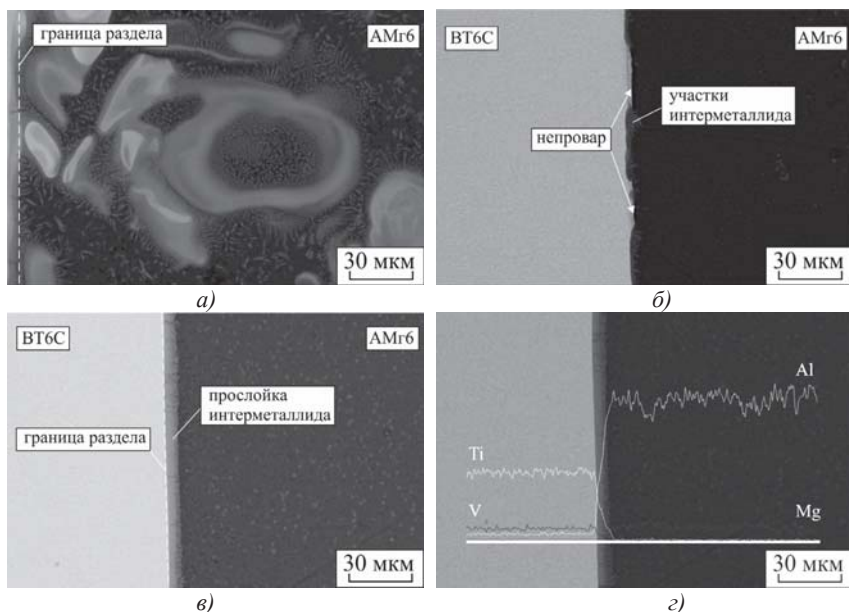


Рис. 1. Строение межфазной границы при лазерной сварке сплавов BT6C и AMg6 при скоростях 100 мм/с (а), 200 мм/с (б) и 150 мм/с (в) с распределением химических элементов (г).

1. Л.С. Лившиц А.Н. Хакимов. Металловедение сварки и термическая обработка сварных соединений. 2-е изд., М.: Машиностроение, 1989, 336 с.
2. В.Р. Рябов, Д.М. Рабкин. Сварка разнородных материалов. М.: Машиностроение, 1984, 239 с.
3. С.М. Гуревич. Справочник по сварке цветных металлов. К.: Наукова думка, 1990, 512 с.
4. S. Chen, L. Li, Y. Chen, J. Dai, J. Huang. Improving interfacial reaction nonhomogeneity during laser welding–brazing aluminum to titanium. Materials and Design, 2011, V. 32, 4408–4416.
5. Y. Chen, S. Chen, L. Li. Effects of heat input on microstructure and mechanical property of Al/Ti joints by rectangular spot laser welding–brazing method. Int J Adv Manuf Technol, 2009, V. 44, 265–272.
6. Г.А. Туричин, О.Г. Климова, К.Д. Бабкин. Особенности формирования структуры сварных соединений при лазерной сварке разнородных материалов систем Al – Cu, Al – Ti. Цветные металлы, 2014, № 4, 45–50.

Исследование переходных областей КНИ гетероструктуры монокремний-стекловидный диэлектрик-монокремний МЭМС тензорезистивного преобразователя давления методами растровой электронной и зондовой микроскопии

Л.В. Соколов

ОАО «НИИ авиационного оборудования», 140185, г. Жуковский, ул. Туполева, 18

В настоящее время ещё недостаточно исследованы причины, обуславливающие вносимые и остаточные механические напряжения в процессе изготовления интегральных тензорезистивных преобразователей, как фактор нестабильности преобразовательной характеристики [1].

Объектом исследования является интегральный микро-электро-механический (МЭМС) преобразователь давления на основе КНИ гетероструктуры «изолированная 3D кремниевая тензорамка на кремнии», в котором монокремниевая тензорезистивная рамка одновременно является как функциональным, так и конструктивным элементом МЭМС [2].

Приводятся результаты анализа изображений поверхности переходных областей на границах раздела монокремний-стекловидный диэлектрик, полученных с помощью зондовой и растровой электронной микроскопии, а также анализируются возможные причины образования локальных центров механических напряжений в процессе микропрофилирования чипа преобразователя, анодного срачивания его с опорным стеклянным элементом в электростатическом поле и при производстве КНИ пластин.

Исследования проводились на растровых электронных микроскопах TM-3000, Carl Zeiss SMT, Quanta 200 и на атомно-силовом микроскопе Veeco.

Микромеханическая структура преобразователя формировалась двухсторонним анизотропным химическим травлением кремния на КНИ пластинах с гетероструктурой монокремний - стекловидный диэлектрик - монокремний, полученных методом прямого термокомпрессионного срачивания [3].

В результате исследований были обнаружены кластеры стекловидного диэлектрика в переходном слое на границах раздела монокремний-стекловидный диэлектрик и локальные образования в виде нанокластеров стекла в приповерхностном слое кремния. Возможные причины - межфазные взаимодействия компонентов стекловидного диэлектрика с припо-

верхностным слоем монокремния при нагреве соединяемых кремниевых пластин и диффузия компонентов стекловидного диэлектрика в кремний, что соответствует теории межфазных взаимодействий [4,5]. Дефекты такого типа могут быть причиной локальных механических напряжений в кремниевых слоях гетероструктуры.

Кроме этого, на поверхности стекловидного диэлектрика (РЭМ изображение) обнаружено множество образований в форме наноразмерных пузырьков, причиной зарождения которых может быть влажность воздуха при высокотемпературном процессе термокомпрессионного срачивания кремниевых пластин в КНИ структуру, что соответствует выводам [5].

На поверхности кремния (100) в области отпечатков торцов анодного контактного элемента обнаружены центры зарождения трещин от которых в радиальных направлениях расходятся микротрещины нанометровой глубины.

Таким образом, по результатам исследований проведён анализ возможных причин образования локальных центров механических напряжений в процессе формирования микромеханической структуры МЭМС тензорезистивного преобразователя давления и тензомодуля на его основе, а также в процессе производства КНИ пластин. На базе проведённого анализа планируется оптимизация технологии производства по минимуму вносимых напряжений.

1. Л.В. Соколов, В.М. Школьников. Измерительная техника, 2002, 10, 27-29.
2. Leonid V. Sokolov. Proceedings of 9th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments ISMTII-2009, v. 3, S-Petersburg, 29 June – 2 July 2009, pp. 248-251.
3. Н.И. Кошелев, О.Ю. Семёнов, А.И. Ермолаева. Перспективные материалы, 2000, 6, 21-24.
4. В.С. Вавилов, В.Ф. Киселёв, Б.Н. Мукашев. М.: Наука, Гл. ред. физ.-мат. лит, 1990, 216 с.
5. A.Y. Usenko. 219th ECS Meeting Transactions. Advanced Semiconductor-on-Insulator Technology and Related Physics 15. Edited by Y. Omura, F. Gamiz, H. Ishii, J. Martino, B. Nguyen, J. Raskin, S. Selberherr, Issue 5, 1-6 May, 2011, Montreal, QC, Canada. The Electrochemical Society, Pennington, USA, 2011, Volume 35, 5, pp. 111-115.

Исследование морфологии тонких пленок TiO_2 методами атомно-силовой микроскопии

А.Ю. Степанов, Л.В. Сотникова, А.А. Владимиров, Ф.В. Титов,
Д.В. Дягилев, С.А. Созинов

ГОУ ВПО «Кемеровский государственный университет», г. Кемерово, ул. Красная 6.

В настоящей работе были исследованы процессы формирования тонких пленки диоксида титана (TiO_2) методом активированного УФ - облучение пленок прекурсора - полиэтоксититана. Получены зависимости толщины и состава пленок TiO_2 от концентрации титансодержащего прекурсора и времени облучения. Оптические свойства, фазовый состав и текстуру полученных пленок исследовали методами спектрофотометрии, рентгенофазового анализа (РФА), атомно-силовой микроскопии (АСМ). В качестве образца сравнения использовали пленки TiO_2 полученные термическим разложением прекурсора.

Тонкие оксидные пленки применяются в различных областях промышленности, науки и техники. В настоящее время возникло и успешно развивается новое направление их использования в прозрачной электронике, как материалов защитных покрытий, для сенсорных и гибких дисплеев. Коммерческий интерес представляет получение таких материалов из растворов, методами, не требующими высоких энергетических затрат. Перспективным материалом для создания прозрачных оксидных полупроводниковых пленок является TiO_2 - недорогой, химически стойкий материал с уникальными оптическим, фотокаталитическим и антибактериальным свойствам. Поэтому, представляет интерес исследование процесса формирования пленок TiO_2 из раствора разложением органических или металлоорганических соединений под воздействием тепла и ультрафиолетового облучения.

Для получения пленок полиэтоксититана различной толщины использовали растворы хлорида титана в этиловом спирте с концентрацией: 50, 20, 10, 5, 2%. В качестве подложек использовали стеклянные пластинки размером 2,5х2,5 см, на которые наносили 0,3 мл титансодержащего раствора. Подложку с раствором помещали на горизонтальный столик центрифуги, время центрифугирования 10 мин., скорость вращения подложки 6000 об/мин. Для формирования пленок TiO_2 полученные образцы подвергали УФ- облучению с помощью лампы ДРТ – 125, или пиролизу, образцов в муфельной печи при $T = 500^\circ\text{C}$. На **рис. 1.** представлены типичные АСМ-изображения поверхности полученных пленок.

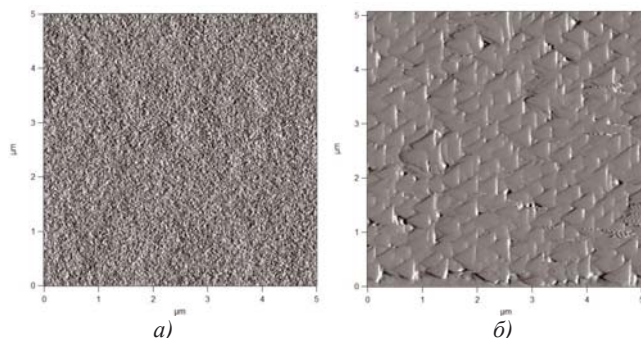


Рис. 1. АСМ-изображения пленок TiO_2 полученные: а) УФ-облучением; б) пиролизом.

Из данных **рис. 1.** видно, что текстура пленок TiO_2 зависит от условий формирования. Формирующиеся под действием УФ - облучения пленки TiO_2 имеют гладкую поверхность (среднее значение шероховатости 0,16 нм). Среднее значение шероховатости пленки TiO_2 полученной пиролизом - 5 нм, со средним размером зерен треугольной формы 350 нм. Толщина полученных пленок TiO_2 составляет 50-300 нм, в зависимости от концентрации раствора. Пленки $h \approx 50$ нм имеют серебристый окрас в отраженном свете, более толстые пленки окрашены в цвета соответствующие законам интерференции световых лучей в пленках. Удалось получить пленки TiO_2 , окрашенные в цвета соответствующие всему диапазону видимого света. Пленки, полученные пиролизом, однородно окрашены и имеют высокий коэффициент отражения. Расчетные значения энергии прямых переходов полученные из спектров пропускания показали, что пленки TiO_2 толщиной ≈ 50 нм, имеют значение ширины запрещенной зоны $E = 3,9$ эВ. Полученная величина значительно превышает табличные значения для рутила ($E=3,0$ эВ), анатаза ($E=3,2$ эВ), брукита ($E=3,4$ эВ) и возможно связанна с наличием внутренних напряжений в пленке.

Работа выполнена на приборной базе «ЦКП научным оборудованием КемГУ» и «ЦКП КемНЦ СО РАН».

Влияние отжига на структуру нанопористых оксидных пленок на порошковом сплаве титан-алюминий

К.В. Степанова¹, Н.М. Яковлева¹, А.Н. Кокатев¹, Х.Петтерссон²

¹ ФГБОУ ВПО «Петрозаводский государственный университет»

г. Петрозаводск, Россия, 185910.

² Университет г. Хальмстад, Швеция

При анодировании жаропрочного сплава Ti-Al в особых условиях [1] на его поверхности образуется самоорганизованная нанопористая оксидная пленка с высокой удельной поверхностью ($S_{уд}$). Еще большего увеличения $S_{уд}$ можно добиться при оксидировании спеченного порошка сплава. Вопрос изучения влияния отжига на структуру наноструктурированных оксидных пленок является актуальным. Как известно, при нагреве на воздухе нанотрубчатых оксидных пленок, сформированных анодированием титана в различных фторсодержащих электролитах, при $T = (553 - 873)K$ осуществляется переход от рентгеноаморфного состояния пленки к поликристаллическому (со структурой анатаза и/или рутила). Сведений о термически активированных фазовых превращениях в нанопористых анодных оксидных пленках, сформированных анодированием образцов сплава Ti-Al в литературе не выявлено.

Целью настоящей работы являлось комплексное изучение структурных превращений при отжиге на воздухе и в вакууме самоорганизованных нанопористых оксидных пленок, сформированных в водном растворе $10\%H_2SO_4 + 0.15\%HF$ и в электролите $C_2O_2H_6 + 0.25\%NH_4F$ на порошковом сплаве Ti-40%Al.

Объектами исследования являлись анодные оксидные пленки (АОП), до и после термического воздействия на воздухе и в вакууме (10^{-4} мм.рт.ст.) при $T = 1093K$ в течение 30 мин. Выбор условий отжига был обусловлен тем, что при этой температуре происходит кристаллизация оксида алюминия Al_2O_3 . Исследования морфоструктуры осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-6480LV и FIB/SEM FEI Nova NanoLab 600. Проводилось изучение, как поверхности, так и сломов образцов. Рентгенографирование образцов (до и после анодирования в безводном электролите $C_2O_2H_6 + 0.25\%NH_4F$, а также после отжига) проводилось на дифрактометре ARL X'TRA с использованием $CuK\alpha_1$ излучения ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) в диапазоне углов $2\theta = 15^\circ - 90^\circ$ с шагом $\Delta\theta = 0.05^\circ$.

Исследование строения поверхности порошковых образцов показало, что размер частиц порошка, из которого получены образцы, находится в диапазоне от 2-х до 20 мкм, при преобладании мелкодисперсной фазы. Было также установлено [2], что при анодировании в растворе 10% H_2SO_4 +0.15% HF на поверхности микрочастиц порошка формируется пористая оксидная пленка толщиной порядка 350 нм и эффективным диаметром основных пор $\langle d_p \rangle = (70 \pm 10)$ нм. Путем СЭМ-изучения строения оксидного слоя на поверхности и сломах образцов порошкового сплава после анодирования в безводном электролите $\text{C}_2\text{O}_2\text{H}_6$ +0.25% NH_4F было обнаружено присутствие достаточно однородного поверхностного слоя толщиной от 300 до 500 нм, под которым четко проявляется нанопористый рельеф с размерами пор 40-80 нм. Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что все исследованные оксидные пленки в исходном состоянии являлись рентгеноаморфными. СЭМ – изображения поверхности и сломов образцов, анодированных в 10% H_2SO_4 + 0.15% HF , после отжига на воздухе, свидетельствуют о сохранении регулярной нанопористой морфоструктуры оксида с размерами пор 40-60 нм. Для термообработанных на воздухе АОП, сформированных анодированием в $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$ + 0.25%, обнаружено преобразование поверхностного слоя в совокупность наночастиц с размерами от 40 до 60 нм. После отжига в вакууме поверхность образцов также является весьма неоднородной и характеризуется присутствием многочисленных трещин.

Показано, что в результате отжига, как на воздухе, так и в вакууме при температуре 1093К происходит кристаллизация аморфной нанопористой оксидной пленки. Фазовый состав пленки после кристаллизации на воздухе отвечает совокупности модификаций TiO_2 (анатаз и рутил) и Al_2O_3 (α - Al_2O_3 и γ - Al_2O_3), дополнительно присутствуют следы и других фаз. Тогда как в результате отжига в вакууме происходит образование анатаза, α - и γ - Al_2O_3 и нестехиометрических оксидов титана TiO и Ti_2O_3 .

Таким образом, с применением комплекса методов впервые показано, что в результате термического воздействия в вакууме при 1093К происходит кристаллизация нанопористой оксидной пленки, сформированной на порошковом сплаве $\text{Ti-40\%Al}$, с образованием не только кристаллических модификаций TiO_2 (анатаз) и α - и γ - Al_2O_3 , но и нестехиометрических, черных форм TiO и Ti_2O_3 .

1. S. Berger, H. Tsuchiya, P. Schmuki. Transition from nanopores to nanotubes: Self-ordered anodic oxide structures on Titanium/Aluminides // Chem. Mater. 2008. V. 20. P. 3245–3247.
2. К.В. Степанова, Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, Х. Петтерссон. Нанопористые анодно-оксидные пленки на порошковом сплаве Ti-Al // Ученые записки Петрозаводского государственного университета, в печати.

Выращивание и диагностика пленок высокотемпературных сверхпроводников

Е.А. Степанцов¹, Р. Арпайя², Ф. Ломбарди²

¹ Институт кристаллографии РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр. 59, Россия,

² Технологический университет Чалмерса, Гетеборг, Швеция

На поверхности кристаллов SrLaGaO_4 ориентации (100) выращены b -ориентированные пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Их рост осуществлялся в два этапа. Предварительно на поверхности подложки (100) SrLaGaO_4 методом высокочастотного распыления в газовой смеси Ag и O_2 выращивался буферный слой $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ориентации (100). Выращивание основной пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ проводилось на поверхности данного буфера методом лазерного импульсного осаждения в среде кислорода. Оба процесса реализовывались в разных камерах, но связанных друг с другом транспортным вакуумпроводом. Поэтому обе пленки выращивались полностью *in situ*, без контакта с атмосферой на всех стадиях роста. На зависимостях сопротивление - температура переход в сверхпроводящее состояние пленок проявлялся при температуре 89 К. Проведенное рентгенодифракционное исследование кристаллографической структуры выращенных пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ показало, что они монокристаллические и характеризуются b -ориентацией.

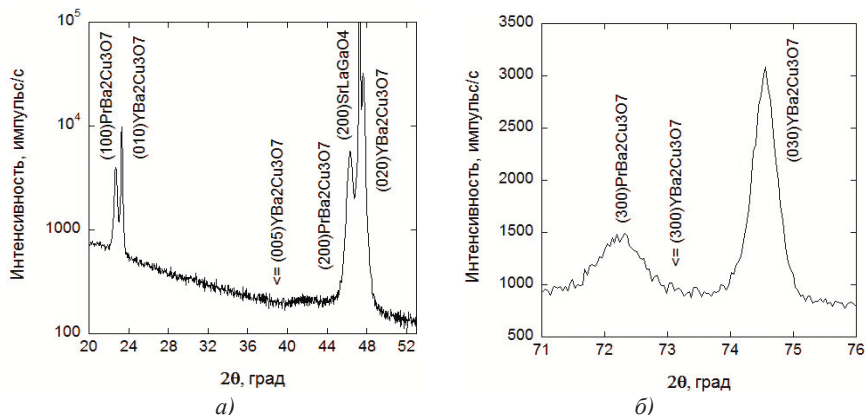


Рис. 1. График рентгеновского (θ - 2θ)-сканирования в диапазоне: а) 20° - 53° и б) 71° - 76° , снятого от пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, выращенной на подложках SrLaGaO_4 ориентации (100) лазерным импульсным осаждением с буферным слоем $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, осажденным методом высокочастотного распыления.

Это подтверждается тем, что на графике (θ - 2θ)-сканирования, изображенном на рис. 1а, полностью не виден пик (005), что означает отсутствие *c*-ориентированных доменов, а на рис. 1б, нет пика (300), что свидетельствует об отсутствии *a*-ориентированной компоненты. Все относящиеся к $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ пики соответствуют только *b*-ориентации.

Выращенные описанным способом *b*-ориентированные пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, как это показано на снимке, сделанном с помощью сканирующей электронной микроскопии, рис. 2, отличаются высокой однородностью и гладким рельефом. Поверхность пленки состоит из зерен, прямоугольной формы, размером порядка 40 – 70 нм, вытянутых перпендикулярно направлению [001]. Наличие каких-либо посторонних частиц на поверхности пленки не просматривается.

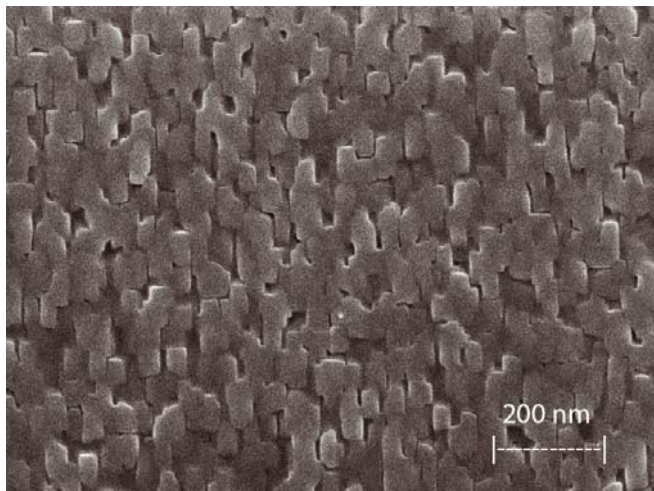


Рис.2. Картина, поверхности *b*-ориентированной пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, выращенной на подложке SrLaGaO_4 ориентации (100), полученная по методике сканирующей электронной микроскопии.

Изложенное свидетельствует о том, что в отличие от традиционно выращиваемых *c*-ориентированных пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ данные пленки свободны от структурных двойников. Это открывает возможность в большей степени раскрыть анизотропию сверхпроводимости в таких пленках по сравнению с их *c*-ориентированными аналогами, выявить в них кристаллографические направления, в которых сильнее выражены сверхпроводниковые характеристики и на их основе создавать приборы криогенной электроники с улучшенными параметрами.

Комплексное микроскопическое исследование многокомпонентных подшипниковых алюминиевых сплавов

О.О.Столярова, Т.И. Муравьева, Б.Я. Сачек, А.М. Мезрин, Д.Л. Загорский

*Институт проблем механики им А.Ю.Ишлинского РАН,
119526, г.Москва, пр.Вернадского 101*

В последнее время для подшипников скольжения, в качестве альтернативы бронзе, все чаще используются алюминиевые сплавы, которые обладают достаточной усталостной прочностью, коррозионной стойкостью в маслах, имеют сравнительно высокую задиростойкость и хорошие трибологические свойства. Кроме того, алюминиевые сплавы дешевле бронзы и имеют меньший удельный вес, что делает изделия из них легче. Наиболее распространены подшипники скольжения из бронзы БрОЦС 4-4-17. Применяющиеся подшипники на основе алюминия (такие как А020-1, А010С2), содержат большое количество олова (от 10 до 20% масс) [1]. Олово является дорогим легирующим элементом. Поэтому, задача создания новых экономнолегированных алюминиевых сплавов, является весьма актуальной. Данная работа посвящена изучению алюминиевых сплавов на основе системы Al-Cu-Si-Sn-Pb с меньшим количеством олова.

При исследовании использовался комплексный метод микроскопии, включавший электронную (СЭМ Philips - 505) и атомно-силовую (SmartSPM™). Совместное применение методов позволило оценить распределение фаз в образце. В качестве примера на Рис. 1 даны результаты, полученные для исходной поверхности сплава состава Al- 5%Si-4%Cu-6%Sn- 2%Pb.

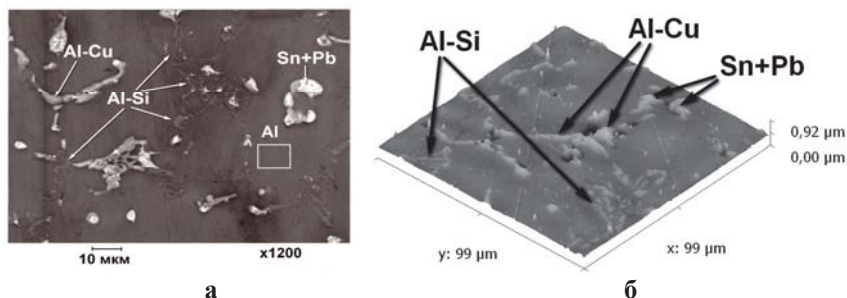


Рис.1. Морфология исходной поверхности сплава состава Al-5%Si-4%Cu-6%Sn-2%Pb: а - изображение СЭМ (Philips SEM-505), б – изображение СЗМ (SmartSPM™).

Для оценки антифрикционных свойств сплавов последовательно применялись методы склерометрии и испытания на трибометре. Метод склерометрии определяет свойства непосредственно поверхностных слоёв, что является важным, поскольку за процессы, происходящие в контактной зоне трения в наибольшей степени ответственны именно эти слои [2]. Этот метод позволяет в полной мере дать оценку склонности материала к задиру. Данный метод было решено применить для ускоренной предварительной оценки трибологических параметров, что значительно сократило время испытаний для предварительного отбора сплавов. Нами был использован метод склерометрии по методике с переменной глубиной царапания [3]. В процессе эксперимента регистрировалась зависимость коэффициента трения по длине царапания от нагрузки. Изображения поверхности после склерометрирования приведены на Рис.2.

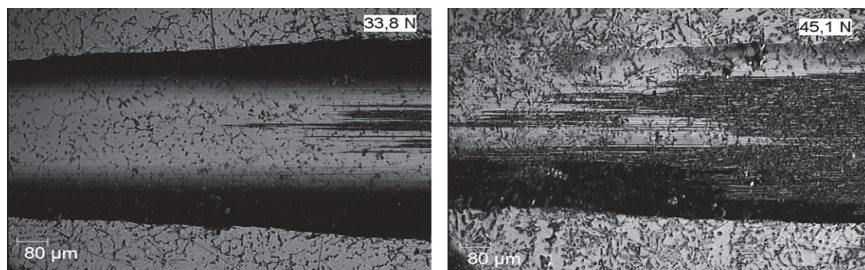


Рис. 2. Микрофотографии царапин, образовавшихся при склерометрировании.

Дальнейшие трибологические исследования отобранных по результатам склерометрии образцов проводилось на трибометре Т-05 по схеме «вал-частичный вкладыш».

Работа поддержана грантами РФФИ 14-19-01033 и 14-19-00632

1. И.И. Курбаткин, Н.А. Буше, И.Г.Горячева, А.В. Зайчиков. // Влияние состава алюминиевых антифрикционных сплавов на процессы образования защитных пленок при их контактном взаимодействии.//Трение и износ 2006, Т.27, №4, с. 355-360.
2. Крагельский И.В., Добычин М.Н, Комбалов В.С. Основы расчётов на трение и износ: учеб. пособие / И.В. Крагельский. – М.: Машиностроение, 1977, 523 с.
3. М.И. Петржик, Е. А. Левашов //Современные методы изучения функциональных поверхностей перспективных материалов в условиях механического контакта// Кристаллография 2007, т.52, №6, с.1002-1010.

Растровая и атомно-силовая микроскопия наноструктурированных материалов и нанокомпозитов на основе природных полимеров

Суханова Т.Е.¹, М.Э. Вылегжанина¹, А.А. Кутин¹, В.А. Петрова¹, Ю.А. Скорик¹, А. Гонцу², Т. Лупашку².

¹ *Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, В. О. Большой пр. д. 31, Россия*

² *Институт химии Академии наук Молдавии, MD-2028, г. Кишинев, ул. Академическая д.3, Республика Молдова*

В последние годы интерес к полимерным системам на основе экологически безвредных, нетоксичных и биodeградирующих природных полимеров, к которым относятся водорастворимые производные целлюлозы, хитина, и хитозан, постоянно растет. На их основе на базе нанотехнологий получают широкий спектр новых материалов технического и медицинского назначения – нановолокна и нанобумаги для мембранных фильтров, мицеллярные самоорганизующиеся наносистемы для направленного транспорта лекарственных средств, биотопливо и многие другие материалы.

В докладе представлены результаты исследования методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) структурно-морфологических характеристик пленочных композиций на основе водорастворимых производных целлюлозы (метил- и карбоксиметил целлюлозы), и хитозана (ХАН) [1]. ХАН – широко известный полисахарид биосовместимый с организмом человека, обладающий антимикробными, регенерирующими свойствами и способный образовывать пленки и гели с хорошими механическими свойствами. В композиции вводили бактерицидные агенты (наночастицы серебра или селена) или антиоксиданты (АО), для создания на их основе материалов широкого биомедицинского назначения [2]. В качестве антиоксиданта – вещества, тормозящего или блокирующего процессы свободнорадикального окисления, нами использовался препарат ЭноксилTM (ЭЛ) [3]. РЭМ исследования проводили на приборе FEI INSPECT (FEI Company, США) в НОЦ-НТ НИУ ИТМО (Санкт-Петербург, Россия). АСМ исследования - на приборе Nanotop-206 (ОАО “Микротестмашины», Беларусь).

Показано, что в зависимости от способов введения наночастиц и АО в целлюлозу и ХАН, методов получения композиций на их основе формируются структуры различной морфологии. В качестве примера на рис. 1 приведены РЭМ микрофотографии сферолитоподобных (а), дендритных (б) образований, и нанодисперсных доменов ЭЛ в матрице ХАН. При этом,

введение ЭЛ в ХАН композиты приводит к улучшению их физико-химических свойств и повышению биологической активности.

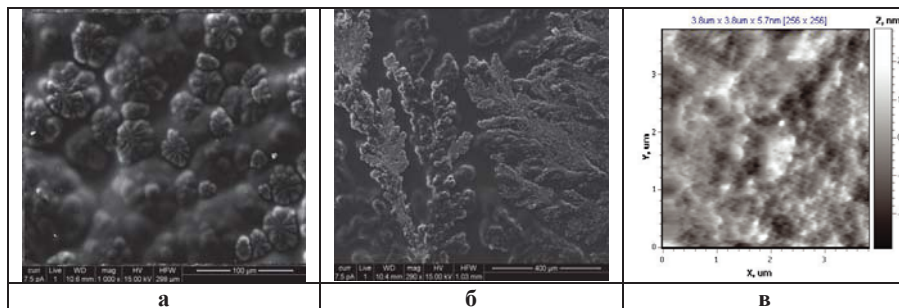


Рис. 1. РЭМ (а,б) микрофотографии и АСМ-изображение (в) композиции ХАН+1%ЭЛ, x1000 (а); композиции ХАН+5% ЭЛ, x200 (б); наноструктурированно-го слоя ХАН+2.5% ЭЛ, размер изображения 4х4 мкм (в).

Полученные результаты важны при выборе материалов с требуемой морфологией поверхности и для определения оптимальных составов композиций, используемых в противоожоговой и заместительной терапии (активизируют регенерацию ткани, улучшают гемодинамику и обмен веществ в ожоговой ране, ускоряют ее заживление), а также в тканевой инженерии.

Работа выполнена в рамках Гранта Европейской 7-ой Рамочной программы «НАНОБИОМАТ: Наноструктурированные биосовместимые/биоактивные материалы» - NANOBIOMAT No. PIRSES-GA-2013-612484.

1. **Хитин и хитозан** (под ред. акад. РАСХН К.Г. Скрябина, Г.А. Вихоревой, В.П. Варламова). – М.: Наука. – 2002. – С. 364.
2. Суханова Т. Е., Вылегжанина М.Э., Гофман И.В., Сантурян Ю.Г., и др. АСМ-анализ морфологии поверхности, структура и механические свойства композиций метилцеллюлозы с коллоидными дисперсиями серебра. – **Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.** – 2014. – № 9. – С. 47–57.
3. Tudor Lupascu, Gheorghe Duca, Maria Giurginca, Pavel Vlad, Lucian Lupascu, Taras Gromovoi, Aurelia Meghea. Natural Compounds with Antioxidant Properties. // **Key Engineering Materials.** – 2009. – V. 415. – P. 25-28.

Исследование в РЭМ фторидных монокристаллов, обнаруживающих коротковолновую люминесценцию

В.Б.Тверской

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова,
119991, Москва, Ленинские горы, д.1

Работа проводится в рамках исследований по определению механизма возникновения в монокристаллах фторидов, активированных трехвалентными редкоземельными ионами (РЗИ) $\text{K}_2\text{F}_{10}:\text{РЗИ}^{3+}$ структурных природно заданных дефектов [1,2]. Исследования проводились методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на установке САМЕСА, позволяющей идентифицировать на поверхности полированного монокристалла нарушения сплошности размером в несколько десятков ангстрем.

На изучаемой поверхности, близкой к (001), были обнаружены выходы винтовых дислокаций в виде набора дислокационных петель диаметром порядка 200 нм, формирующих в процессе образования твердого раствора $\text{K}_2\text{F}_{10}:\text{РЗИ}^{3+}$ картину автоволновых фронтов. Взаимодействие фронтов порождает возникновение нарушений сплошности на поверхности раздела фаз в виде сложных структур двойникующихся дислокаций - термодинамически равновесных структурных неоднородностей, определяющих элементарные возбуждения основного состояния монокристалла. Было установлено, что выявленные дефекты в исследуемых монокристаллах определяются введением в кристаллическую решетку в качестве активаторов трехвалентных редкоземельных ионов.

При исследовании твердых растворов, активированных трехвалентными ионами эрбия, были обнаружены значительные сдвиговые деформации, по видимому, ответственные за появление у таких кристаллов дополнительных люминесцентных свойств. Такие кристаллы обнаруживают интенсивную ВУФ-люминесценцию [3]. Это показывает возможность использования монокристаллов $\text{K}_2\text{F}_{10}:\text{Er}^{3+}$ в качестве лазерных матриц в диапазоне вакуумного ультрафиолета. При этом наилучшей эффективности люминесцентных свойств следует ожидать при концентрации ионов эрбия на уровне 1 ат%.

1. К.М.Девяткова, Л.И.Девяткова, В.Б.Тверской. Труды XVIII РЭМ, 2013, 98-99.
2. К.М.Девяткова, Л.И.Девяткова, В.Б.Тверской. Труды XXIII РЭМ, 2010, 87.
3. К.М.Девяткова, О.Н.Иванова, К.Б.Сейранян. Доклады АН СССР, 1990, 310, №1, 72-74.



Стратификационные эффекты лент быстрозакаленных сплавов по толщине

В.В.Ткачев¹, Г.С. Крайнова¹, А.М. Фролов¹, С.В. Должиков¹

*1 Дальневосточный федеральный университет,
690950, г. Владивосток, Суханова 8, Россия*

Аморфные быстрозакаленные сплавы имеют неоднородное строение. Отличительной особенностью сплавов, полученных методом спиннингования в виде лент, является наличие двух поверхностей раздела (контактной к охлаждающему барабану и свободной от его влияния). Получение информации о масштабах и природе структурных неоднородностей таких аморфных сред, морфологии спиннингованных лент необходимо для определения физических свойств данных материалов. При этом следует учитывать, что величины тепловых потоков, проходящих через контактную и свободную поверхности лент, существенно отличаются [1]. Это приводит к наличию разницы в скоростях охлаждения сплава на поверхностях раздела, что отображается в структурной неоднородности спиннингованных лент по толщине.

В данной работе методами электронной микроскопии (Carl Zeiss CrossBeam 240XB) изучены морфологические неоднородности различного масштаба спиннингованных лент на основе Fe ($\text{Fe}_{60}\text{Co}_{30}(\text{SiB})_{10}$, $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$) и структура быстрозакаленных сплавов по толщине.

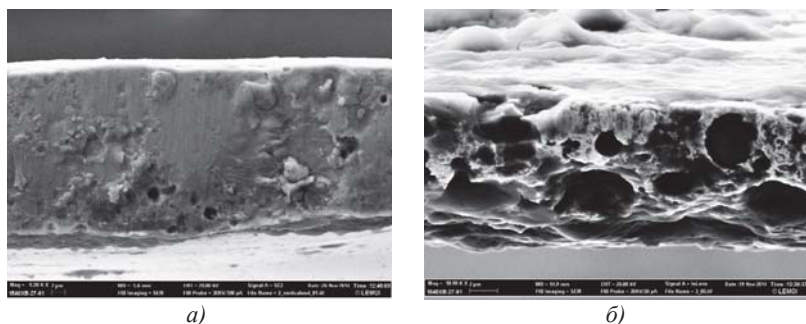


Рис. 1. Изображения торцов аморфных лент а) продольный торец после плазменной очистки ленты $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$, б) продольный торец ленты $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{30}(\text{SiB})_{10}$ без плазменной очистки.

Исследуемые образцы подвергались плазменной очистке в среде ArO в течение 60 секунд в колонне электронного микроскопа. В зависимости от чистоты поверхности, использовались разные величины ускоряющего

напряжения для предотвращения возникновения нагара на образце. Изображения торцов спиннингованных лент представлены на рис. 1 а, б.

В результате исследования получены следующие результаты:

- быстрозакаленные аморфные сплавы обладают развитой микроструктурой. На морфологическом уровне структура спиннингованных лент представлена иерархической системой пространственных неоднородностей различного масштаба. При этом технологический микрорельеф контактной поверхности определяется системой периодичностей 1-3 мкм, ансамблем газовых полостей различной формы размером до 10 мкм. Морфология свободной поверхности, как правило, имеет вид волнообразного бугоркового рельефа с периодами от 0,1 – 1 мкм;

- структура спиннингованных лент на основе Fe по толщине представлена неоднородностями от субмикронного диапазона (10 – 30 нм) до микронных периодичностей (0,1 – 1 мкм) в виде изотропных конгломератов, которые проявляют фрактальные свойства;

- обнаружен стратификационный эффект в спиннингованных лентах $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{30}(\text{SiB})_{10}$, $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{10}(\text{SiB})_{10}$, который отображается в увеличении концентрации макронеоднородностей от свободной к контактной поверхности.

1. *Frolov, A.M., Kraynova, G.S., Dolzhikov, S.V.* Advanced Materials Research, 2014, 1037, 428-431.

Исследование выполнено при поддержке ДВФУ, проект № 14-08-03-37 и

Влияние примесей на морфологию пленок SnO_2

Томаев В.В.^{1,3}, Глазов А.И.²

¹ Санкт–Петербургский государственный университет, Кафедра лазерной химии и лазерного материаловедения, 198504, Санкт-Петербург, Петродворец, Университетский пр., 26, e-mail: tvaza@mail.ru.

² Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», Кафедра минералогии, кристаллографии и петрографии, 199106, Санкт-Петербург, 22-я линия, 2, e-mail: aglazov1942@mail.ru.

³ Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», Кафедра общей и технической физики, 199106, Санкт-Петербург, 22-я линия, 2.

Гидропиролитическим способом из раствора $10(\text{H}_2\text{O})+5(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ (в частях по массе) на корундовых подложках получены поликристаллические пленочные слои касситерита (SnO_2).

Показано, что для морфологии поверхности пленок касситерита характерны как одиночные индивиды, так и сростки из двух или более кристаллов, свойственные двойникам. Сделано предположение, что с помощью легирующих добавок можно эффективно управлять концентрацией и стабильностью образования двойников.

Поверхности и сколы всех пленок исследовались на сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss SUPRA-40VP. Качественная и количественная оценка элементного состава в приповерхностной области пленок осуществлялась методом рентгеновского микроанализа с использованием кремний-дрейфового энергодисперсионного детектора рентгеновского излучения INCA X-Act Oxford Instruments. Спектры рентгеновского микроанализа регистрировались при ускоряющем напряжении 10 кВ. Обработка результатов производилась с помощью пакета программ INCA. Структура пленок и подложек была исследована методом рентгенофазового анализа на рентгеновском аппарате ДРОН–2.

В ростовых экспериментах были получены четыре типа образцов: пленки диоксида олова без легирующей добавки и с легирующими добавками окиси меди, сурьмы и иттербия (0.1–0.3 объемных % к общему объему пленки). Исследовались микроструктура и элементный состав поверхности всех типов пленок.

На рис. 1 представлены типичные микрофотографии поверхности пленок диоксида олова без легирующей добавки и с добавками окисидов меди, сурьмы и иттербия.

Можно заметить, что поверхность пленки касситерита без легирующей добавки состоит из достаточно крупных (~500–1000 нм) кристаллов. Как и большинство природных [1], синтетические монокристаллы на поверхно-

сти пленки SnO_2 (рис. 1, *а*) имеют дипирамидальный, таблитчатый или столбчатый облик с направлением максимальной скорости роста, перпендикулярной поверхности подложки. Кроме этого, на поверхности фрагмента пленки касситерита (рис. 1, *а*) можно наблюдать некоторое количество двойников.

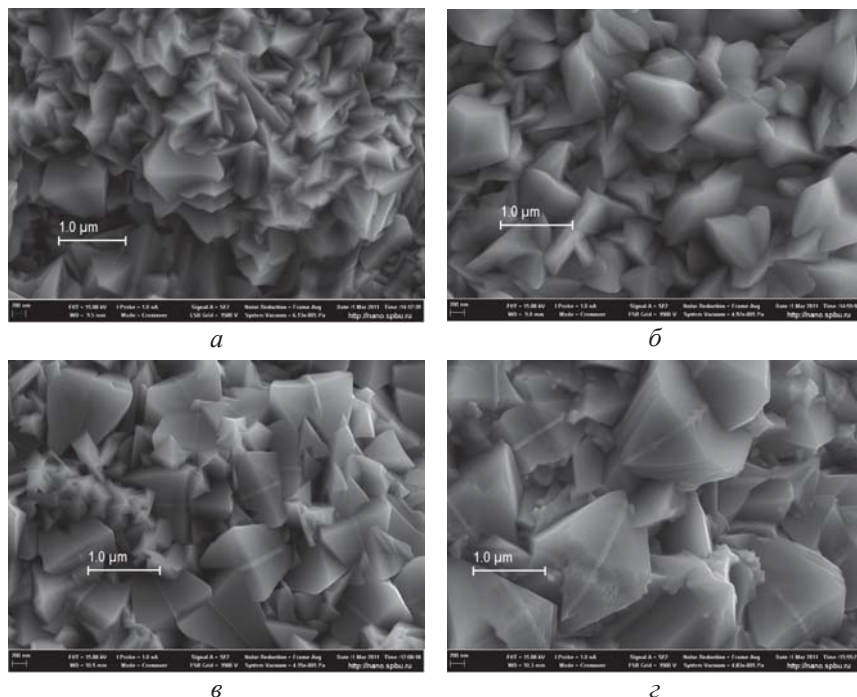


Рис. 1. Морфология поверхностей пленок SnO_2 : *а*) – без легирующей добавки; *б*) – с добавкой CuO ; *в*) – с добавкой Sb_2O_3 ; *г*) – с добавкой Yb_2O_3 .

Однако морфология пленки существенно изменяется при добавлении в состав пленки легирующей примеси оксидов. Как видно на рис. 1, *б*, *в* и *г*, добавление примеси, по всей видимости, способствует образованию двойников, их количество на поверхности заметно возрастает по сравнению с нелегированной пленкой.

Работа частично выполнена на оборудовании междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ.

1. К.М. Сиротин. Определитель минералов. М.: Высшая школа, 1970. 266 с.

Влияние подложки на морфологию формирования пленок AgI методом лазерной абляции

В.В. Томаев¹, В.А. Полищук², С.В. Фокина¹, Ю.С. Тверьянович¹, Е.Н. Борисов¹

¹ *Институт химии, Санкт-Петербургский государственный университет, Университетский пр. 26, Петродворец, Санкт-Петербург, 198504, Россия, e-mail: tyaza@mail.ru*

² *Санкт-Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, Россия, 197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., д.49, e-mail:*

Методом лазерной абляции [1] синтезированы пленки AgI [2] толщиной 1 мкм на подложках разного состава: покровного стекла, стеклотекстолита и медной фольги.

Методом сканирующей электронной микроскопии (измерения осуществлялись с помощью микроскопа Zeiss Merlin) была исследована морфология поверхности всех пленок иодида серебра, а микрорентгеноспектральным анализом был исследован их элементный состав.

Показано, что состав подложки при одних и тех же технологических режимах нанесения пленок оказывает существенное влияние на формирование морфологии пленок AgI.

Для создания технологии синтеза очень важно понимание механизма процесса и роли факторов, определяющих кинетику реакций. Поскольку большинство процессов структурно - чувствительны, наиболее перспективными подложками для разработки нанотехнологий формирования нанобъектов и их использования в модельных процессах являются монокристаллические электроды-носители, поверхность которых имеет контролируемую структуру.

Тем не менее, формирование нанобъектов на подложках, не имеющих определенной кристаллической ориентации (покровное стекло, стеклотекстолит, медная фольга), также может быть весьма перспективно в связи с тем, что на ранней стадии нуклеации зародышей растущей фазы воздействие подложки на формирование нанокристаллов поликристаллической пленки может быть минимальным и в это время может происходить «квазисвободный» рост.

На рис. 1 представлены поверхности пленок иодида серебра имеющие толщину 1 мкм и нанесенных на подложки из покровного стекла (а), стеклотекстолита (б), медной фольги (в).

Видно, что поверхность пленки на подложке из покровного стекла состоит из частиц иодида серебра ~200 нм с равномерным распределением

пор, величина которых значительно меньше размера частиц пленки. Поверхность пленки иодида серебра на стеклотекстолите имеет более неоднородный характер, величина пор на поверхности в некоторых случаях достигает нескольких мкм. Наиболее дисперсную структуру имеет пленка AgI, нанесенная на медную фольгу. Размер отдельных кристаллов AgI составляет <50 нм, имеет малый разброс по размеру и достаточно равномерно распределен по поверхности.

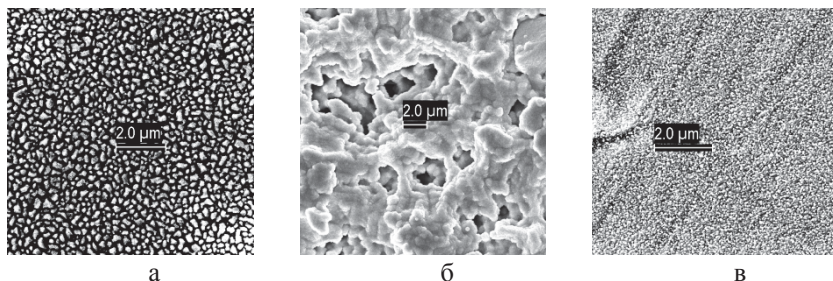


Рис. 1. Морфология пленки AgI на подложках из покровного стекла (а), стеклотекстолита (б) и медной фольги (в).

Рентгеновский микроанализ показал, что для всех типов пленок доля атомов серебра преобладает по отношению к иоду.

Анализ влияния подложки на морфологию поверхности растущей методом лазерной абляции пленки AgI сделан на основании классической теории нуклеации [3] и уравнения Гиббса-Фольмера.

Объяснение полученных результатов в зависимости от свойств пленки, подложки и технологических условий возможно с помощью механизмов Фольмера - Вебера, Франка – Ван дер Мерве и Странского – Крастанова.

Работа частично поддержана государственным контрактом «Обеспечение проведения научных исследований» 2014/190 Мин.обр.науки и грантом РФФИ 14-03-00822 А.

1. D. Bäuerle. Laser Processing and Chemistry. –Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2000. – 788 p.
2. S. Hull. Superionics: crystal structures and conduction processes. Rep. Prog. Phys. **67** (2004) 1233–1314.
3. M. Volmer and A. Weber. Keimbildung in Übersättigten Gebilden, *Z. Phys. Chem. (Leipzig)* **119**, 277 (1926).

Механизм формирования anomalно светлого контраста в наведенном токе от плоскостей скольжения за дислокациями в кремнии

О.В. Феклисова¹, Е.Б. Якимов¹, В.И. Орлов^{1,2}

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Метод наведенного электронным пучком тока является весьма эффективным для исследования протяжённых дефектов, при этом он обладает не только высоким пространственным разрешением, но и позволяет количественно оценить концентрацию рекомбинационно активных центров [1-3].

В ряде работ по исследованию свойств дислокаций и дефектов, образующихся в плоскостях скольжения за дислокациями в монокристаллическом кремнии, было показано, что рекомбинационная активность этих протяжённых дефектов весьма невысока, если они были введены в кристалл в «чистых» условиях. Если же деформированный кристалл дополнительно «загрязнялся» металлами, либо деформация проводилась с использованием металлических опор, рекомбинационная активность протяжённых дефектов усиливалась в несколько раз, что приводило к появлению/росту тёмного контраста в наведенном токе [4,5].

Однако при исследовании влияния меди на электрические свойства следов за дислокациями в кремнии нами было обнаружено, что диффузия меди приводит не только к росту тёмного контраста от протяжённых дефектов, но и к появлению anomalно светлого контраста вблизи следов за дислокациями, который проявляется не только под металлом, но и вне диода Шоттки, «закорачивая» соседние диоды (Рис. 1(б)).

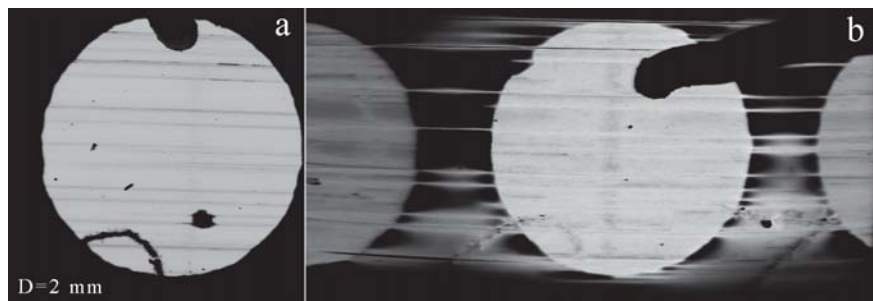


Рис. 1. Изображение диода Шоттки в режиме наведенного тока, $E_b=35$ кэВ: а) после деформации; б) после диффузии меди и закалки.

Было установлено, что появление светлого контраста зависит от скорости охлаждения образцов после диффузии меди или, другими словами, от скорости преципитации меди, а также от плотности дефектов, содержащихся в следах за дислокациями.

Поскольку светлый контраст наблюдается даже на расстояниях порядка одного миллиметра от края барьера Шоттки, его можно объяснить только в предположении, что в результате преципитации меди на протяжённых дефектах вблизи плоскостей скольжения, вследствие захвата на них основных носителей заряда, формируется изгиб энергетических зон. Это приводит к формированию барьера для основных носителей заряда, и, соответственно, канавок для неосновных носителей. Вследствие этого неравновесные носители разделяются, скорость их рекомбинации понижается и соответственно вероятность собирания увеличивается, что и приводит к возникновению светлого контраста.

1. *О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов.* ФТТ, 2011, 53, 1175–1178.
2. *O.V. Feklisova, E.B. Yakimov, N. Yarykin.* Physica B., 2003, 340-342, 1005-1008.
3. *O.V. Feklisova, E.B. Yakimov.* Phys. Stat. Sol.(c), 2007, 4, 3105-3109.
4. *О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов.* Поверхность, 2009, 8, 45-48.
5. *O.V. Feklisova, X. Yu, D. Yang, E.B. Yakimov.* Phys. Stat. Sol.(c), 2012, 10-11, 1942-1946.

РЭМ-идентификация аморфного состояния на лентах Fe-B

А.М. Фролов, Г.С. Крайнова¹, С.В. Должиков¹

Дальневосточный федеральный университет, 690950, г. Владивосток, Приморский край, Россия

Сплавы, полученные быстрой закалкой из жидкого состояния (методом спиннингования) обладают контактной к закалочному диску и свободной от его влияния поверхностями, характеризующимися сложной, многомасштабной, иерархической структурой неоднородностей микрорельефа, существенно разной анизотропией их распределения, что отражается в сложной стратификации этих объектов [1, 2].

В данной работе методами растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа исследуются спиннингованные ленты $\text{Fe}_{1-x}\text{B}_x$ ($x = 10; 12; 13; 14; 17.5$ ат. %).

Рентгенографические исследования данных сплавов показали, что спиннингованная лента $\text{Fe}_{90}\text{B}_{10}$ является кристаллической, в отличие от других предоставленных нам сплавов системы Fe-B, что позволило выделить пограничную область по концентрации бора (≈ 10 ат. %) между аморфным и кристаллическим состояниями. Параллельные исследования методом растровой электронной микроскопии выявили особенности морфологических неоднородностей обеих поверхностей раздела лент.

На рис. 1а, б представлены микрофотографии спиннингованной ленты $\text{Fe}_{90}\text{B}_{10}$, на свободной и контактной поверхностях которой наблюдаются морфонеоднородности в виде ламелей, причем их размер на той и на другой поверхности одного порядка (в среднем ~ 50 мкм). Это позволило предположить, что подобная ламельная структура пронизывает весь образец по толщине. На РЭМ-изображениях наблюдается хорошо выраженная оптическая стохастическая волновая структура (СТВС), $\lambda \sim 1-2$ мкм, которая на макроуровне относится к классу лабиринтоподобных модуляционных структур. На микрофотографиях исследованных сплавов Fe-B другого состава (истинно аморфных) морфоструктура типа оптической СТВС не наблюдалась, хотя СТВС масштаба 20-50 Å присутствует.

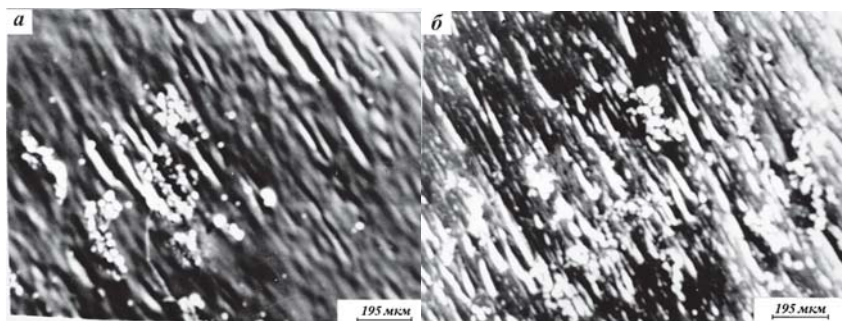


Рис.1. РЭМ-изображения свободной (а) и контактной (б) поверхностей кристаллической фольги $\text{Fe}_{90}\text{V}_{10}$

Судя по механизму кристаллизации данного сплава, проходящей в крайне неравновесных условиях, можно говорить о наличии концентрационной неоднородности сплава $\text{Fe}_{90}\text{V}_{10}$, что является предпосылкой для дальнейшего распада, расслоения. Наблюдаемая ламельная морфоструктура, рис. 1 а, б, и является следствием распада аморфного состояния.

Проведенные исследования показали, что только для спиннингованной ленты $\text{Fe}_{90}\text{V}_{10}$ структурная релаксация СТВС может быть представлена, как спинодальный распад. В этих терминах было определено время структурного старения фольги $\text{Fe}_{90}\text{V}_{10}$, которое оказалось $t_{\text{стар}} = 3,2 \times 10^7 \text{ с}$.

Таким образом, структурная релаксация быстрозакаленных сплавов системы Fe-B может происходить не только по механизму зародышеобразования. При малых концентрациях бор уже не выступает аморфизатором в двойных системах подобного рода. В тоже время морфология микрорельефа может служить индикатором не только самих структурных изменений, но и механизмов, посредством которых эти изменения осуществляются.

1. Н.И. Чухрий, Л.А. Юдина, А.М. Фролов, В.В. Юдин. Поверхность. Рентгеновские, Синхротронные и нейтронные исследования, 1999, 4, 55-65.
2. В.В. Юдин, Г.С. Крайнова, А.М. Фролов, В.И. Невмержицкий. Изв. ВУЗов. Физика, 2010, 53, 3/2, 211 – 214.

Исследование выполнено при поддержке ДВФУ, проект № 14-08-03-37 и

Влияние термической обработки на строение сварных швов разнородных сталей, полученных стыковой контактной сваркой

А.А. Чевакинская, А.А. Никулина, Т.А. Калашникова, А.С. Денисова

*ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет»,
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, Россия*

Термическая обработка сварных соединений может включать различные операции теплового воздействия, целью которых является изменение строения, фазового и напряженного состояния материала. Основные особенности процесса при этом обусловлены структурой свариваемых сталей, металлом шва, назначением конструкции и условиями ее эксплуатации [1]. В случае сварки однородных сталей проведение выбранной термической обработки позволяет оптимизировать структуру зон термического влияния и самого шва. Если речь идет о комбинированных конструкциях, то выбор режимов термической обработки ограничен, поскольку может приводить к неодинаковому или даже противоположному результату в свариваемых сталях [1 - 4].

Цель работы заключалась в исследовании структурных и фазовых превращений, происходящих при термической обработке сварных швов между заготовками из сталей Э76 и 12Х18Н10Т, полученных методом стыковой контактной сварки оплавлением. Данные стали относятся к разнородным и, помимо отличий в химическом составе, обладают также и различной исходной структурой: сталь Э76 – перлитной, сталь 12Х18Н10Т – аустенитной. В результате строение сварных швов характеризуется существенной неоднородностью и наличием высокопрочных областей. Их формирование вызвано механическим перемешиванием свариваемых материалов и диффузионными процессами. Это приводит к образованию в сварных швах локальных областей с пониженным содержанием легирующих элементов по сравнению с исходной сталью 12Х18Н10Т [5]. Результаты микрорентгеноспектрального анализа свидетельствуют о том, что по мере удаления от видимой границы раздела сталей в сталь Э76 количество хрома и никеля в локальных областях уменьшается (рис. 1 а), и это приводит к формированию в них аустенито-мартенситной структуры (рис. 1 б). Именно такие области существенно снижают трещиностойкость сварных композиций "сталь Э76 - сталь 12Х18Н10Т" [6].

Анализ структуры и результатов микрорентгеноспектрального анализа сварных швов после отпуска при температурах 400 и 700 °С показал, что термическая обработка приводит к увеличению объемной доли мартенсита

в локальных областях за счет дальнейшей диффузии хрома и никеля в окружающие нелегированные области.

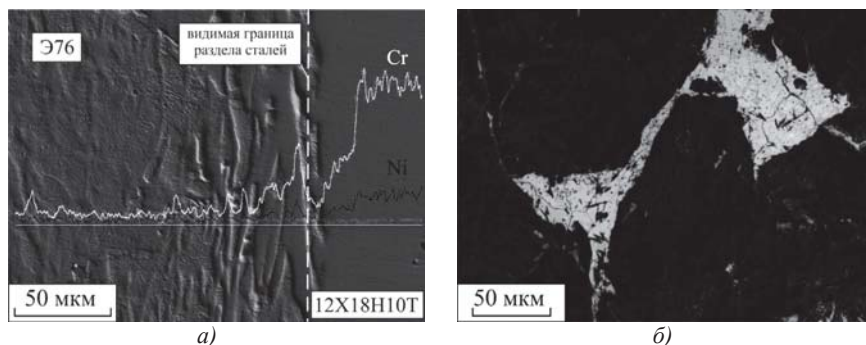


Рис. 1. Распределение хрома и никеля по линии, перпендикулярной сварному шву (а) и аустенито-мартенситная структура локальной зоны (б).

Таким образом, проведение отпуска сварных соединений между заготовками из сталей Э76 и 12Х18Н10Т приводит к обратному эффекту: в результате диффузионных процессов при термической обработке объемная доля мартенсита в сварном шве увеличивается.

1. Л.С. Лившиц, А.Н. Хакимов. Металловедение сварки и термическая обработка сварных соединений. 2-е изд., М.: Машиностроение, 1989, 336 с.
2. Сварка и свариваемые материалы: Справочник в 3-х томах. Т. 1. Свариваемость материалов / Под ред. Э.Л. Макарова. М., 1991, 528 с.
3. K.E. Dawson, G.J. Tatlock, K. Chi, P. Barnard. Changes in precipitate distributions and the microstructural evolution of P24/P91 dissimilar metal welds during PWHT. Metallurgical and materials transactions A, 2013, V. 44A, 5065-5080.
4. L. Falat, L. Ciripová, J. Kopic, J. Buršík, I. Podstránská. Correlation between microstructure and creep performance of martensitic/austenitic transition weldment in dependence of its post-weld heat treatment. Engineering Failure Analysis, 2014, V. 40, 141–152.
5. А.А. Никулина, А.А. Батаев, А.И. Смирнов, В.Г. Буров. Структурные исследования сварных швов, полученных методом стыковой контактной сварки заготовок из разнородных сталей. Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты, 2010, № 2, 24-28.
6. А.А. Nikulina, A.A. Bataev, A.I. Smirnov, A.I. Popelyukh, V.G. Burov, S.V. Veselov. Microstructure and fracture behaviour of flash butt welds between dissimilar steels. Science and Technology of Welding and Joining, 2015, V. 20, № 2, 138-144.

Формирование доменной структуры облучением электронным лучом Z^+ полярной поверхности $MgO:LN$

Д.С. Чезганов^{1,2}, М.М. Смирнов¹, Д.О. Аликин¹, М.М. Нерадовский¹,
Д.К. Кузнецов¹, В.Я. Шур^{1,2}

¹ Институт естественных наук УрФУ, г. Екатеринбург, Россия

² ООО «Лабфер», 620014, г. Екатеринбург, Россия

Исследовано формирование доменов, вызванное облучением электронным лучом Z^+ -полярной поверхности монокристалла конгруэнтного ниобата лития, легированного 5% MgO ($MgO:LN$). Для визуализации доменной структуры использовались: сканирующая микроскопия пьезоэлектрического отклика (СМПО), атомно-силовая микроскопия (АСМ), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) и конфокальная микроскопия комбинационного рассеяния (КМКР). Предложена модель для объяснения роста доменов в результате облучения электронами Z^+ -полярной поверхности.

Известно, что облучение Z^- -полярной поверхности монокристаллов ниобата лития электронным лучом используется в качестве одного из эффективных методов создания регулярной доменной структуры [1]. Недавно была продемонстрирована возможность создания поверхностных доменов при облучении Z^+ -поверхности [2].

Для создания доменной структуры использовался СЭМ (Auriga Crossbeam, Carls Zeiss) с системой электронно-лучевой литографии (Elphy Multibeam, Raith). Статическая доменная структура на поверхности была выявлена селективным травлением и визуализирована СМПО, СЭМ и АСМ. Анализ КМКР изображений доменов на различных глубинах в объеме был использован для реконструкции эволюции доменов [3].

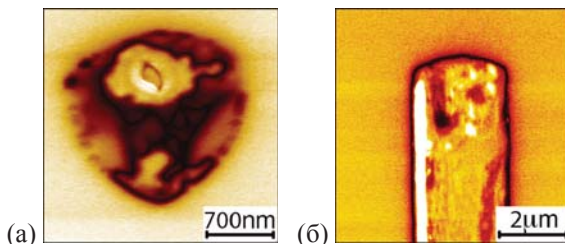


Рис. 1. СМПО изображения доменов после облучения электронным лучом:
(а) в точке, (б) вдоль линии.

Было изучено формирование изолированных доменов в объеме вблизи облучаемой поверхности после точечного облучения (Рис. 1а) [4]. Стабильные домены шестиугольной формы с поперечными размерами до 2 мкм и глубиной до 250 мкм были выявлены с помощью СМПО и КМКР. Показано, что в результате сканирования вдоль линии формируется внутриобъемная гребенчатая доменная структура. Было установлено, что при ускоряющем напряжении 15 кВ и дозе облучения менее 6 мКл/см вблизи поверхности формировались цепи дискретных доменов, а при дозе более 6 мКл/см – сплошные доменные линии (Рис. 1б), которые на глубине более 50-100 мкм распадались на цепи изолированных доменов. Ширина линий, глубина прорастания и глубина распада на дискретные доменные цепи увеличивались с ростом дозы. Увеличение ускоряющего напряжения приводило к потере устойчивости формы доменных стенок, формирующихся при сканировании вдоль Y-направлений, и к появлению «доменных пальцев». Анализ изображений позволил выделить основные стадии формирования доменной структуры.

Для объяснения полученных результатов предложен оригинальный механизм образования и роста доменов под действием электрического поля, образованного в результате облучения поверхности кристаллов электронным лучом, базирующийся на кинетическом подходе к эволюции доменной структуры [5]. Показано, что рост доменов в полярном направлении обусловлен электростатическим взаимодействием элементарных ступеней, образующихся на заряженной доменной стенке [4,6]. Обнаруженное формирование стабильных доменных структур глубиной в десятки микрометров может быть использовано для создания РДС в MgO:LN для интегральных нелинейно-оптических устройств.

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ, при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (соглашение 14.594.21.0011, уникальный идентификатор RFMEFI59414X0011), РФФИ (13-02-01391-а, 14-02-31255-мол_а, 14-02-31864-мол_а) и при финансовой поддержке молодых ученых УрФУ.

1. H. Ito, C. Takyu, and H. Inaba. Electronics Lett., 1991, 27(4), 1221-1222.
2. Е.В.Емелин, А.И. Ильин, Л.С. Коханчик. ФТТ, 2013, 55, 489-495.
3. V.Ya. Shur, P.S. Zelenovsky, M.S. Nebogatikov, D.O. Alikin, M.F. Sarmanova, A.V. Ievlev, E.A. Mingaliev, and D.K. Kuznetsov. J. Appl. Phys., 2011, 110, 052013-1-6.
4. V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, D.O. Alikin, M.M. Neradovskiy, D.K. Kuznetsov, and M.M. Smirnov. Appl. Phys. Lett. 2014, 105, 052908-1-5.
5. V.Ya. Shur. J. Mater. Sci., 2006, 41, 199-210.
6. A.V. Ievlev, D.O. Alikin, A.N. Morozovska, O.V. Varenyk, E.A. Eliseev, A.L. Kholkin, V.Ya. Shur, and S.V. Kalinin. ACS Nano, 2015, 9, 769-777.

Исследование строения границ раздела в мдп-структурах на основе A_3B_5 -полупроводников

А.Г. Черков^{1,2}, С.Е. Хандархаева¹, А.К. Гутаковский², Н. А. Валишева²,
М.С. Аксенов², В.А. Голяшов², О.Е. Терещенко^{1,2}

¹ Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

² Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск

Благодаря прямозонной структуре, малой ширине запрещенной зоны, высокой подвижности носителей заряда и наличию собственного 2D электронного газа вблизи границы раздела с диэлектриками полупроводники типа A_3B_5 являются перспективными материалами с точки зрения приборных применений. Особый интерес представляют металл-диэлектрик-полупроводник (МДП) структуры на основе A_3B_5 , которые применяются в полевых и спиновых транзисторах, а так же приемниках инфракрасного излучения. В отличие от кремния, собственный оксидный слой сложного состава на поверхности A_3B_5 , не обеспечивает высокое качество границы раздела диэлектрик/ A_3B_5 (низкую плотность поверхностных состояний (ПС) и малую величину встроенного в диэлектрик заряда). По этой причине пассивация поверхности тонкими оксидными слоями становится чрезвычайно важным процессом при изготовлении приборов на основе A_3B_5 .

В данной работе с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ) проводится исследование морфологии пассивирующего слоя и строения границ раздела между оксидными пленками и бинарными полупроводниками типа A_3B_5 : InAs, GaAs. Гетеросистемы фторсодержащий анодный оксидный слой (ФАОС)/InAs(111)A и $HfO_2/Si(6ML)/GaAs(100)$ изучались в конфигурации поперечных срезов (110) на микроскопе Jeol JEM-2200FS.

Было установлено, что сухое окисление в таунсендовской газоразрядной плазме приводит к формированию переходных слоев между оксидной пленкой и InAs с некоторой периодической структурой, зависящей от отношения ионов фтора и кислорода в плазме, при этом плотность ПС на такой границе раздела $<10^{11}$ эВ⁻¹см⁻². Для гетеросистемы $HfO_2/Si(6ML)/GaAs(100)$ плотность ПС $\sim 3 \cdot 10^{12}$ эВ⁻¹см⁻², однако уменьшается до

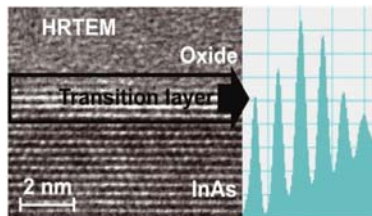


Рис. 1. ВРЭМ-изображение гетеросистемы ФАОС/InAs(111)A

величины $\sim 6 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2} \text{ В}^{-1}$ в результате отжига образцов при температуре 400 – 450°C. При этом значительно изменяется морфология оксидного слоя, происходит частичная кристаллизация HfO_2 в моноклинную фазу.

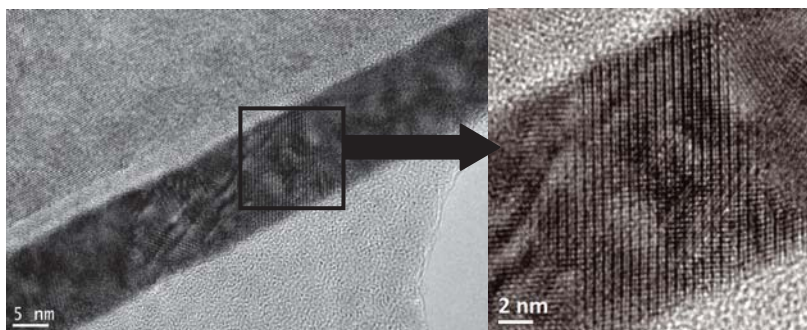


Рис. 2. ВРЭМ-изображение гетеросистемы $\text{HfO}_2/\text{Si}(6\text{ML})/\text{GaAs}(100)$, $T_{\text{отжиг}} = 400 - 450^\circ\text{C}$

Работа была выполнена в рамках госзадания по обеспечению научно-исследовательских работ в 2014-2016г., при поддержке Минобрнауки (проект №14.621.21.0004) и РФН (проект №14-22-00143).

Электронномикроскопические исследования мультислойных аморфно-нанокристаллических покрытий (nc)AlN-(ам)Si₃N₄/(nc)TiN

А.В. Черногор, И.В. Блинков, А.О. Волхонский, С. Нематулаев

НИТУ «МИСиС», г. Москва, Ленинский проспект, 4

С использованием источников сепарированной плазмы, образующейся при испарении вакуумной электрической дугой катодов из сплава Al-Si (20 % ат.) и Ti в среде реакционного газа азота, получены мультислойные покрытия, содержащие последовательные слои нанокристаллического нитрида титана (TiN_{0,66} – TiN_{0,79}) и слои аморфного Si₃N₄ с включениями нанокристаллического гексагонального AlN, на твердом сплаве WC-(6 % массе)Co. Общая толщина покрытий была порядка 4 мкм.

Размер слоев и соответствующих нанокристаллитов изменялся от 15–20 до 5–8 нм при варьировании скорости вращения подложки (n) от 2 до 4 об/мин, определяющей время ее нахождения в области преимущественной конденсации компонентов каждого из катодов испарительной системы, величины отрицательного потенциала смещения U_b, подаваемого на подложку, от -60 до -140 В и тока электрической дуги (I_{arc}), испаряющей катод, содержащий кремний, от 120 до 160 А (рис.1).

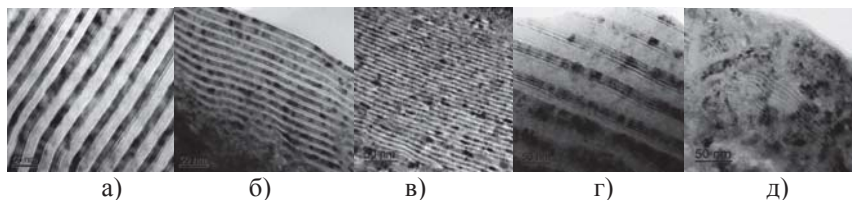


Рис. 1. Изображения покрытий Ti-Al-Si-N, осаждённых при а) U_b=-120В, I_{Al-Si}=130А, n=1об/мин; б) U_b=-120В, I_{Al-Si}=160А, n=1об/мин; в) U_b=-120В, I_{Al-Si}=130А, n=2об/мин; г) U_b=-140В, I_{Al-Si}=130А, n=1об/мин; д) U_b=-60В, I_{Al-Si}=130А, n=1об/мин

При минимальной в эксперименте энергии напыляемых частиц, определяемой наименьшим значением U_b = -60 В (рисунок 1д), в покрытиях отсутствует слоистая структура. Её отдельные прерывистые участки наблюдаются в ограниченных объемах осаждаемого слоя. Зёрнистая структура покрытия крайне неоднородна.

С увеличение U_b до -120 В в объеме покрытия формируется выраженная слоистость с чётко определяемой межфазной границей между нанокри-

сталлическим TiN_x и аморфным Si_3N_4 с включениями гексагонального AlN с толщинами 18-20 нм. Происходит утонение слоёв и измельчение соответствующих наноzepepe (pисунок 1a). Увеличение $I_{\text{Al-Si}}$ со 130 до 160 А при данном значении U_b сопровождается утонением аморфно-нанокристаллического слоя $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN}$ до 5-8 нм и нанокристаллического слоя до 10-12 нм (pисунок 1б).

Дальнейшее увеличение U_b до -140 В приводит к появлению внутри кристаллических слоев TiN_x толщиной ~15 нм субслоёв размером 2-3 нм (pисунок 1г). Их образование может быть связано с тем, что при снижении количества азота до определённого значения вследствие его распыления бомбардирующими подложку ионами и соответствующего увеличения количества структурных вакансий в неметаллической подрешетке кубическая кристаллическая решетка типа NaCl становится неустойчивой (энергетически невыгодной) и происходит ее трансформация в структуру типа CaF_2 , характерную для упорядоченной низкотемпературной фазы Ti_3N_2 . В следствие протекания процессов зародышеобразования этой фазы при сравнительно низких температурах процессы коалиценции и коагуляции не могут быть активированы, что приводит к формированию зерен размером 2-3 нм внутри слоя TiN_x .

Полученные покрытия, характеризуются высоким уровнем микродеформаций кристаллической решетки фазы TiN_x , связанных с её концентрационной неоднородностью, возрастающей с увеличением U_b от -60 до -120 В. При дальнейшем росте U_b наблюдается уменьшение микродеформаций, что объясняется образованием упорядоченной нитридной фазы Ti_3N_2 .

Исследования микроструктуры ультратонких слоев high-k диэлектриков на основе HfO_2 методами просвечивающей растровой электронной микроскопии

Ю.М. Чесноков¹, А.Л. Васильев^{1,2}, А.В. Мяконьких³, К.В. Руденко³

¹ НИЦ "Курчатовский институт" 123182, г. Москва, пл. Ак. Курчатова, 1, Россия

² Учреждение РАН "Институт кристаллографии РАН им. А.В. Шубникова", 119333, г. Москва, Ленинский пр., 59, Россия

³ Учреждение РАН "Физико-технологический институт РАН", 117218, г. Москва, Нахимовский пр., 36/1, Россия

Масштабирование интегральных приборов в область нанометровых размеров привело к необходимости применения новых материалов. Это относится как к полупроводниковым, так и диэлектрическим и металлическим компонентам, составляющим нанотранзистор в УБИС, емкостной элемент памяти DRAM и др. Важной задачей является замена диэлектрического слоя SiO_2 материалом с высоким коэффициентом диэлектрической проницаемости (high-k) для снижения туннельного тока без ущерба для емкости и эффективности управления в затворной структуре. Решение этих задач невозможно без использования просвечивающей электронной микроскопии.

Тонкие диэлектрические слои с высокой диэлектрической проницаемостью формировались методом плазменно-стимулированного атомно-слоевого осаждения (ALD). Циклический механизм атомно-слоевого роста позволяет контролировать состав каждого монослоя материала, что позволяет целенаправленно формировать интерфейсные слои между основным слоем диэлектрика, подложкой и металлическим электродом, что очень важно для электрических свойств будущей МДП-структуры.

Изучалось влияние параметров роста и состава пленок, а также различных режимов термообработки, на микроструктуру, состав и электрические свойства стека затвора. Кристаллическая структура определялась в основном методом ПЭМ высокого разрешения. Однако для определения состава ультратонких интерфейсных слоев требуется микроанализ субнанометрового разрешения. Для этой цели используется ПРЭМ высокого разрешения в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (EDX) и спектроскопией характеристических потерь энергии электронов (EELS) [1]. На **Рис. 1** представлено темнопольное высокоугловое ПРЭМ-изображение поперечного среза стека $\text{W/HfO}_x\text{N}_y/\text{HfO}_2/\text{c-Si}$.

Для исследования образцов методами электронной микроскопии были приготовлены поперечные и планарные сечения полученных структур. Исследование проводилось в просвечивающем растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, США) с ускоряющим напряжением 300 кэВ, с корректором сферической аберрации, анализатором характеристических потерь энергии электронов (EELS, Gatan, США) и энергодисперсионным рентгеновским спектрометром.

В докладе будут представлены результаты исследования.

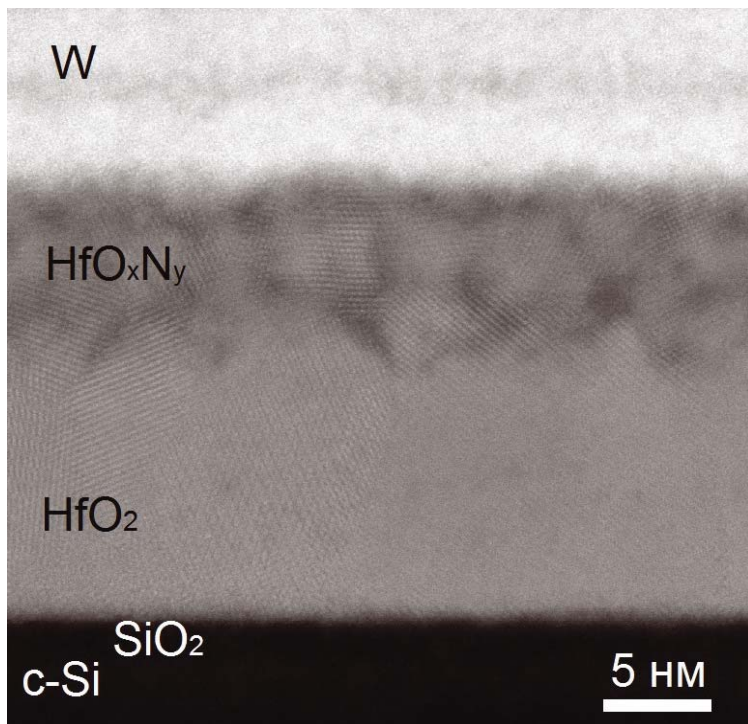


Рис. 1. Темнопольное ПРЭМ изображение многослойной структуры W/HfO_xN_y/HfO₂/c-Si.

1. X. Zhu , J. Zhu, A. Li, Z. Liu N. Ming. Journal of Materials Science & Technology, 2009, 25, 289-313.

Практика исследования титановых сплавов методом электронной микроскопии

Е.А. Шушакова, Н.П. Волкова, А.Н. Панкратов, Д.А. Сухоросов,
А.В. Волков

*ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», 624760, г. Верхняя Салда,
Свердловская обл., Россия.*

Титановые сплавы являются перспективными конструкционными материалами, обладающими высокими эксплуатационными и технологическими свойствами.

Варьируя параметрами деформационной и термической обработок, возможно получение широкого комплекса механических свойств и структурных состояний.

В рамках промышленного производства от получения слитка до готовой продукции существует множество задач, требующих практического решения: определение химического состава, контроль газонасыщенных и тугоплавких дефектов, контроль пор, исследование образцов после стандартных испытаний на малоцикловую усталость, фрактографические исследования для установления причин разрушения и многое другое.

Одним из эффективных и необходимых способов оценки всего многообразия структур титановых сплавов является их исследование с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) в режиме вторичных и обратнорассеянных электронов.

В работе проведено комплексное исследование титановых сплавов в широком интервале структурных состояний после различных режимов термообработок на примере сплавов разных классов: псевдо- α -сплавов (Gr9), ($\alpha+\beta$)-сплавов мартенситного класса (Ti6Al4V, VST3331), псевдо- β -сплавов (VST55531).

Для проведения эксперимента использовали растровый электронный микроскоп Quanta 3D FEG с энергодисперсионной приставкой для микроанализа EDAX Genesis 2000.

Показано, что с помощью растрового электронного микроскопа в режиме обратнорассеянных электронов удастся выявить продукты распада пересыщенного β -твердого раствора размером до нескольких нанометров и исследовать субструктуру (зеренную) структуру материала, сформированную после деформации и последующей термической обработки.

По полученным снимкам можно определять следующие параметры количественной металлографии: объемную долю α - и β -фаз, размер продуктов распада в виде пластин вторичной α -фазы и их дисперсность, размер зерен (субзерен) α и β -фаз и другое.

Кроме этого, разрешающая способность растрового электронного микроскопа позволяет в режиме вторичных электронов однозначно классифицировать несплошности (рис.1 а) размером до 1 мкм как поры по наличию на их стенках и дне линий естественной шероховатости (рис.1 б), являющихся следами выхода дислокаций при деформационной обработке.

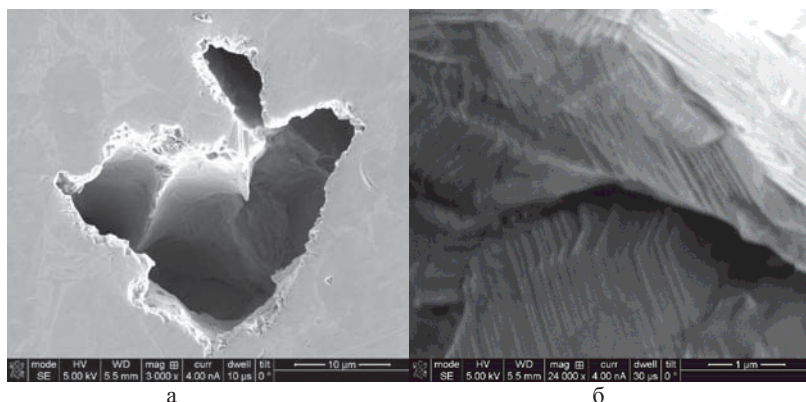


Рис.1. РЭМ изображение поры в титановом сплаве

Исследование структуры и механических характеристик керамики на основе соосажденных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ методами сканирующей электронной и зондовой микроскопии

О.Б. Щербина, М.Н.Палатников, В.В Ефремов, В.В. Семушин

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук (ИХТРЭМС КНЦ РАН) 184209, Мурманская область, Апатиты г., Академгородок мкр., 26а

Исследование керамических смешанных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ представляет существенный интерес, поскольку данные материалы могут использоваться как конструкционные материалы с повышенной термостойкостью и улучшенными механическими характеристиками [1], так и как материалы микроэлектроники.

Осаждением смеси высокочистых ниобиевых и танталовых реэкстрактов были получены соосажденные гомогенные высокодисперсные смешанные пентаоксиды $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ в низкотемпературной полиморфной модификации. Анализ распределения частиц по размерам выполнялся на анализаторе дисперсности SALD-201V Shimadzu.. Далее по традиционно керамической технологии (ТКТ) при температурах спекания 1300°C и 1500°C в течение 3 часов были приготовлены керамические образцы $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$. Для исследования микро- и наноструктуры керамик использованы сканирующий электронный микроскоп SEM LEO 420 и программа Scan Master для статистической обработки объектов изображения. Упругие и механические свойства керамик изучались контактным методом с помощью зондового микроскопа - нанотвердомера «NANOSKAN» [2]. Результаты исследования микротвердости (H) керамик $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ методом сравнительной склерометрии и модуля Юнга (E), определяемого по кривым подвода кантилевера представлены в таблице 1.

Таблица 1. Микротвердость и модуль Юнга керамических $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$

Состав $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$	Т _{спекания} = 1300°C		Т _{спекания} = 1500°C	
	H, ГПа	E, ГПа	H, ГПа,	E, ГПа
y = 0.062	6,17±0,55	99,2±0,8	6,14±0,93	150,5±2,2
y = 0.1297	4,84±0,60	94,2±1,6	5,39±0,55	154,0±1,4
y = 0.2035	5,14±0,57	115,9±0,5	5,70±0,58	157,3±1,5
y = 0.3734	5,81±0,58	118,1±0,7	5,64±0,51	160,2±2,3
y = 0.4720	разрушен		6,52±0,71	175,2±1,3
y = 0.8429	4,9±1,4	117,4±0,7	5,12±1,33	167,5±3,6

Микроструктура керамики $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ существенно зависит от содержания тантала и температуры спекания. Увеличение содержания тантала в керамике $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ от $y = 0.062$ до $y = 0.3734$ приводит к уменьшению среднего размер зерен ~ 5 раз. Состав $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ $y = 0.472$, обладает при температуре спекания 1300°C (рис.1а) высокой рекристаллизационной способностью, что не позволяет получить качественные керамические образцы для исследования механических характеристик. Увеличение температуры спекания до 1500°C приводит, в целом, к уменьшению размера зерен (рис.1б) в керамике $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$, что является причиной улучшения ее прочностных характеристик (см. табл. 1). При этом модуль Юнга и микротвердость керамики $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ возрастают, приближаясь к значениям, характерным для керамики Ta_2O_5 [3].

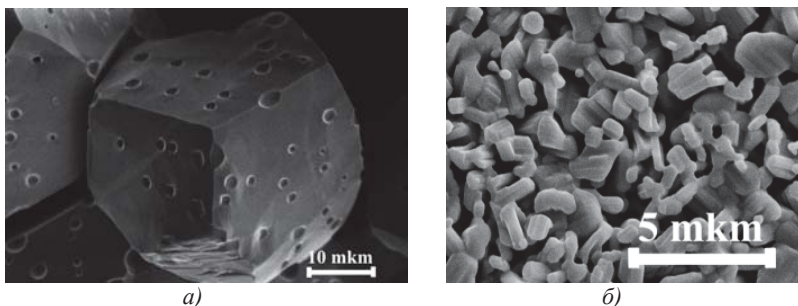


Рис. 1. Микроструктура керамики на основе соосажденных $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ состава $y = 0.472$, полученной при различных температурах спекания: а - 1300°C , б - 1500°C .

Таким образом, изменения микроструктуры в ряду керамических образцов $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$ с различным содержанием тантала влияют на механические свойства этих керамических диэлектриков. Установлена зависимость прочностных характеристик (модуля Юнга) и микротвердости от особенностей микроструктуры и температуры спекания керамики $\text{Nb}_{2(1-y)}\text{Ta}_y\text{O}_5$

1. М. Н Палатников., О. Б Щербина., А. А Фролов., Е. В. Войнич Физика и химия стекла, (2011), 37, № 2, 129 – 134.
2. С.С Усеинов., В.В Соловьев, К.В. Гоголинский, А.С Усеинов., Н.А Львова. Наноиндустрия. Научно-технический журнал. (2010), 2, 30 – 35.
3. О.Б.Щербина, М. Н. Палатников, В. В. Ефремов Неорганические материалы, (2012), 48, № 4, 506-512.

Исследование процесса деградации и разрушения исторического стеклянного бисера методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа

Т.В. Юрьева¹, И.Б. Афанасьев², В.А. Юрьев³

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации,
107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1, Россия

² Экспертно-криминалистический центр МВД России,
125130, г. Москва, ул. Зои и Александра Космодемьянских, 5, Россия

³ Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН,
119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38, Россия

Во многих музеях мира хранятся историко-художественные изделия из бисера, выполненные в различных техниках и в разные эпохи. Со времени их изготовления поверхность некоторых бисерин подверглась воздействию коррозии: бисер меняет цвет, трескается и разрушается. Из практики музейного хранения изделий из бисера известно, что сине-зеленый бисер более подвержен сильной деградации, чем бисер других цветов. В настоящее время причины разрушения сине-зеленого бисера неизвестны. В докладе исследуется внутренняя микроструктура разрушающегося сине-зеленого исторического бисера.

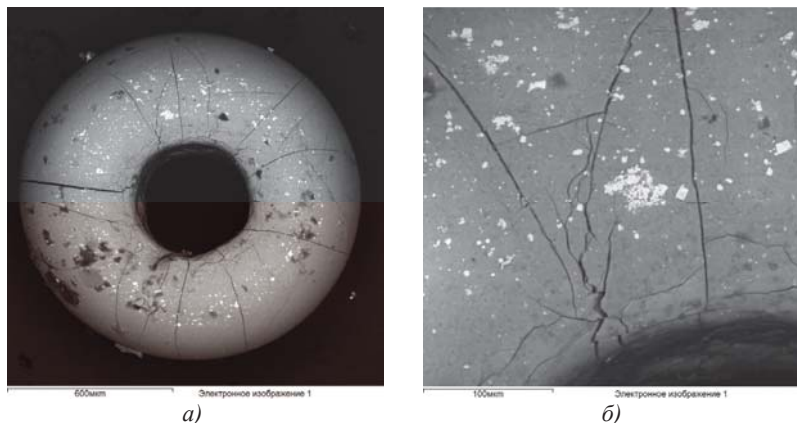


Рис. 1. РЭМ-изображения (Tescan Vega-II XMU) образца разрушающегося сине-зеленого стеклянного бисера на стадии растрескивания [1]: (а) общий вид, (б) выходы микровключений на поверхность; метка, мкм: (а) 600, (б) 100.

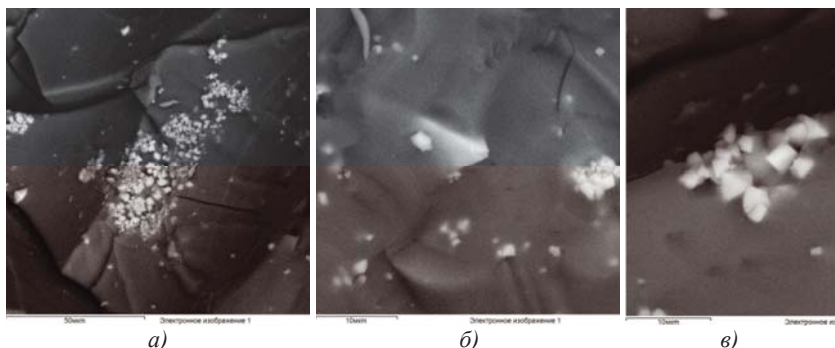


Рис. 2. РЭМ-изображения сколов разрушенного сине-зеленого бисера (стадия раскалывания [1]): (а) скопление включений; (б, в) кристаллиты включений; метка, мкм: (а) 50, (б, в) 10.

Ранее нами были исследованы спектры пропускания и рассеяния света образцами сине-зеленого бисера на разных стадиях разрушения в видимом и ближнем инфракрасном диапазонах [1]. Было обнаружено, что внутри бисера возникают микроскопические неоднородности, плотность которых значительно возрастает в процессе деградации бисера.

Мы пришли к выводу, что причиной разрушения сине-зеленого бисера является деформация, вызываемая кристаллическими микровключениями, выпадающими во время и/или после изготовления бисера, и их скоплениями, которая порождает внутренние микротрещины и протяженные примесные атмосферы; последние возникают вследствие деформационно-стимулированной диффузии таких компонентов стекла, как калий, медь и сурьма, в области с высокой плотностью преципитированных кластеров, обедняя остальной объем бисера и внося химическую неоднородность в стекло. Распад массива стекла бисера на отдельные зерна на последнем этапе коррозии, по-видимому, является результатом этой неоднородности.

Микрорентгеноспектральный анализ (Inca Energy 450) показал, что бисер сделан из свинцово-калиевого стекла с высоким содержанием меди. Преципитаты, ответственные за внутренние напряжения в стекле, содержат сурьму в высокой концентрации (до 40 весовых %) и состоят из ее химических соединений; в них также содержится до 15 весовых % калия. Вне преципитатов сурьма не выявлена. Сурьма, вероятно, попадает в стекло из древесной золы, которая использовалась как источник калия. Сурьма (Sb_2O_3) также могла быть добавлена в стеклянную шихту в качестве глушителя (до середины 19-го века сурьма использовалась для глушения бисера).

1. T.V. Yuryeva, V.A. Yuryev. J. Opt., 2014, 16, 055704.

V.

**Применение сканирующей
электронной и зондовой микроскопии
в химии и геологии**

Изучение механизма импульсных энергетических воздействий на порообразующие минералы кимберлитов (РЭМ-РСМА, РФЭС и ИКФС)

Н.Е. Анашкина, И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева

Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Россия

В настоящее время актуальная задача при переработке алмазосодержащих кимберлитов состоит в разработке новых методов, обеспечивающих сохранность алмазов в процессах измельчения руд и повышение качества концентратов за счет увеличения контрастности люминесцентных свойств алмазов и снижения концентрации тонкодисперсных глинистых минералов в жидкой фазе пульпы. В докладе представлены новые экспериментальные данные об эффективном (контрастном) изменении структурно-химических свойств поверхности порообразующих минералов кимберлитов (кальцита и серпентина) при воздействии наносекундных импульсов высокого напряжения (МЭМИ: $\tau_{имп} \leq 10$ нс, $E \sim 10^7$ В/м, энергия в импульсе 0.1 Дж, частота следования импульсов 100 Гц).

По данным растровой электронной микроскопии (РЭМ) в результате МЭМИ-обработки аншлифов кальцита в течение 30 с ($3 \cdot 10^3$ импульсов) наблюдалось раскрытие (разрыхление) межкристаллитных границ (рис. 1а, б), образование и распространение трещин как вдоль границ ступеней роста на поверхности минерала, так и в перпендикулярном направлении (рис. 1в). При увеличении продолжительности импульсного воздействия до 50 с распространение трещин вдоль поверхностей спайности кристалла приводило к селективной дезинтеграции образцов с образованием характерных микрокристаллических фрагментов (микровыколов) (рис. 1г). Результаты РФЭС (и дополнительно ИКФС) показали, что воздействие МЭМИ не оказывало существенного влияния на фазовый состав поверхности частиц кальцита. Химическое состояние основных анализируемых поверхностных атомов кальцита (Са 2р, С 1s и О 1s) после энергетических воздействий качественно и количественно эквивалентно состоянию атомов поверхности исходного минерала (без импульсной обработки).

По данным РЭМ–РСМА в результате электромагнитной импульсной обработки в течение $t_{обр} \sim 10 - 100$ с на поверхности аншлифов серпентина образовывались следы незавершенных поверхностных пробоев (рис. 2а, б); наблюдалась картина общего "разрыхления" поверхностного слоя минерала. Следы поверхностных пробоев образовывались в местах локализации микровключений оксидов (возможно, хромита, рис. 2в), сульфидов (возможно, миллерита, NiS), других металлосодержащих микро- и наночастиц.

Анализ данных РФЭС показал, что электромагнитная импульсная обработка серпентина (антигорита, $\text{Mg}_6(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$) вызывала следующие изменения микроструктуры поверхностных слоев минерала: переход атомов кремния из валентного состояния Si^{3+} в состояние Si^{4+} ; увеличение продолжительности импульсной обработки вызывало деструкцию (отслоение) магний – кислородных октаэдров, т.е. разупорядочение структуры поверхности минерала.



Рис. 1. РЭМ-изображение поверхности кальцита после воздействия МЭМИ в течение 30 с (а) – (б) и 50 с (в, з). Увеличение: 400 (а), 1600 (б), 370 (в), 550 (з)

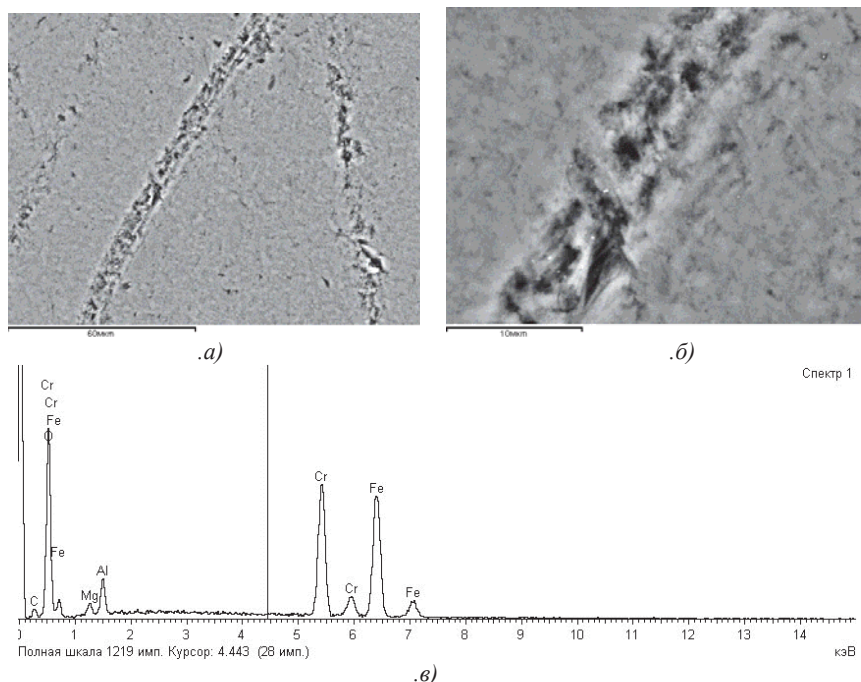


Рис. 2. РЭМ-изображение поверхности серпентина, измененной воздействием МЭМИ (10–100 с). Масштабная линейка – 60 мкм (а), 10 мкм (б); рентгеновские спектры от областей следов поверхностных пробоев (в)

Использование SEM-EDX анализа для интерпретации эффективных коэффициентов поглощения природных минералов, полученных методом рентгеновской микротомографии

И.А. Варфоломеев^{1,2}, О.А. Ковалёва^{1,2}, И.В. Якимчук², Д.А. Коробков²

¹ *Московский физико-технический институт,
141707, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер, 9, Россия*

² *ООО Технологическая компания Шлюмберже, Московский научно-исследовательский центр, г. Москва, 119285, г. Москва, ул. Пудовкина, д. 13, Россия*

В настоящее время рентгеновская микротомография [1] получает всё большее распространение в качестве метода трёхмерного неразрушающего анализа горных пород. В случае достаточного пространственного разрешения микротомографические изображения несложно использовать для изучения трёхмерной структуры пустотного пространства. Также, в ряде случаев оказывается возможным выделять на изображении различные минералы, т.к. минералы с большим средним значением атомного номера поглощают сильнее. К сожалению, в случае типичного настольного лабораторного микротомографа достаточно сложно взаимно однозначно связать значения рентгенооптической плотности в каждом вокселе реконструированного изображения с его минеральным составом [2] в виду различных особенностей технологии: полихроматичность пучка, артефакты алгоритма восстановления, неизвестный и меняющийся со временем спектр излучения трубки, а также спектр чувствительности люминофора детектора.

Метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии позволяет достаточно уверенно восстанавливать карту элементного состава подготовленной поверхности образца. Использование специального программного обеспечения [3] даёт возможность автоматически классифицировать каждую точку определённым типом минерала.

Совмещение изображений, полученных методами рентгеновской микротомографии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии даёт возможность изучить характерные особенности зёрен минералов на микротомографическом изображении. Самым очевидным применением является определение средних, «эффективных» значений рентгенооптической плотности для отдельных минералов. Однако, как уже было сказано, различные минералы далеко не всегда в достаточной мере отличаются по среднему эффективному значению рентгенооптической плотности. Тем не менее, во многих случаях существуют «косвенные» признаки, такие как текстура минерала и форма зёрен, позволяющие отличить один минерал от другого.

Например, на **Рис. 1 (а)** показан фрагмент микротомографического изображения, на котором изображены два зерна (их приблизительные контуры показаны на **Рис. 1 (б)**), слабо отличающиеся по среднему уровню серого, что иллюстрирует гистограмма значений серого (первая пара кривых на **Рис. 1 (в)**). Однако, зёрна удаётся различить с помощью методов машинного зрения, таких как локальные бинарные шаблоны (ЛБШ) [4] – пример гистограммы их значений так же приведён на **Рис. 1 (в)**.

В докладе будут продемонстрированы как результаты сравнения наблюдаемых эффективных значений поглощения различных минералов с теоретически оцененными, так и отдельные способы распознавания минералов, учитывающие некоторые структурные признаки.

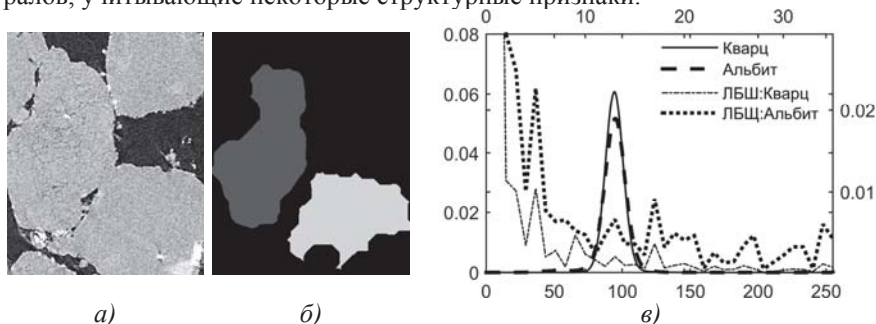


Рис. 1. Микротомографическое изображение зёрен кварца и альбита и их анализ (см. пояснения в тексте)

1. *Buzug T.* Computed tomography: From photon statistics to modern cone-beam CT. Computed Tomography: From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT. Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2008, 522 p.
2. *А.В. Пахневич.* О результативности микротомографических исследований палеонтологических объектов. Современная палеонтология. Классические и новейшие методы. 2009, М. : ПИН РАН, 2009, 127–141.
3. *I.V. Yakimchuk, I.A. Varfolomeev, D.A. Korobkov.* Use of X-Ray Micro-CT and Scanning Electron Microscopy for Constructing 3D Mineral Maps of Rock Samples. Proceedings of 18th International Microscopy Congress. Prague, Czech Republic, 7 - 12 Sep. 2014. www.microscopy.cz/abstracts/2759.pdf
4. Ojala, Timo, Matti Pietikainen, and Topi Maenpaa. "Multiresolution gray-scale and rotation invariant texture classification with local binary patterns." Pattern Analysis and Machine Intelligence, IEEE Transactions on 24.7 (2002): 971-987.

Применение электронной микроскопии и лазерной спектроскопии для изучения субмикронных частиц при разрушении горных пород

С.Д. Викторов, А.Н. Кочанов, Е.В. Копорулина

ФГБУН Институт проблем комплексного освоения недр РАН,
111020, г. Москва, Крюковский тупик, д.4

Разрушение твердых тел, в том числе и горных пород, сопровождается образованием субмикронных частиц размером менее 10,0 мкм, изучение которых имеет важное практическое значение[1]. С целью изучения субмикронных частиц, образовавшихся в результате взрывного разрушения, выполнены экспериментальные исследования с использованием растровой электронной микроскопии (РЭМ) и лазерной спектроскопии размеров частиц применительно к железистым кварцитам. С помощью электронного микроскопа LEO 1450VP при различной степени увеличения получены изображения минеральных частиц и выполнен их анализ (рис.1).

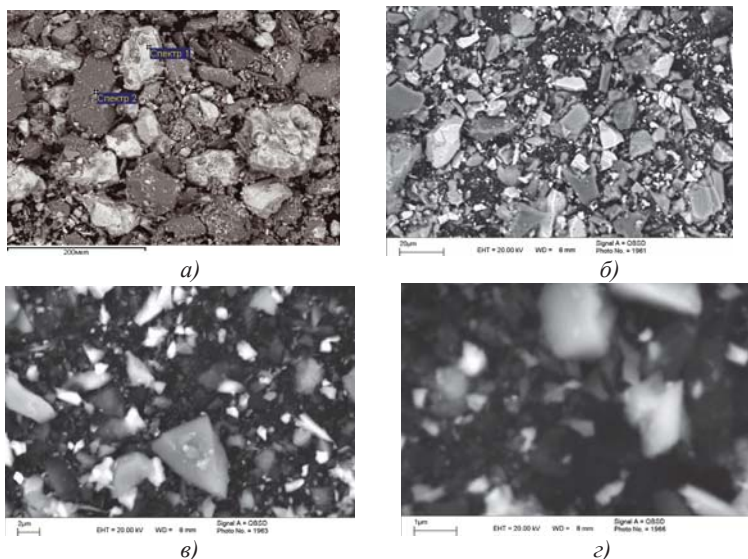
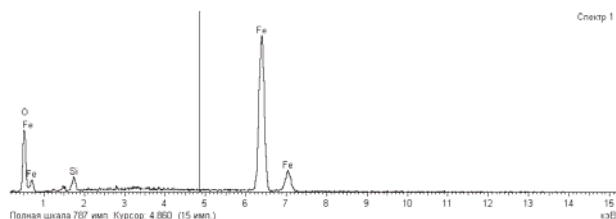
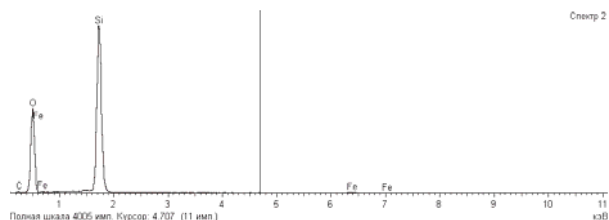


Рис. 1. Изображения минеральных частиц железистого кварцита при увеличении $100\times$ (а), $300\times$ (б), $1500\times$ (в) и $6000\times$ (г).

По данным РЭМ минимальный размер частиц при взрывном разрушении кварцитов составляет $\sim 0,1$ мкм. Анализ минерального состава частиц, проведенный микрозондовым методом с помощью рентгеновского спектрометра, показывает, что более темные частицы, представлены кварцем, а более светлые – магнетитом (рис.2).



а)



б)

Рис. 2. Элементный состав частиц для спектра 1(а) и спектра 2 (б)

Опираясь на контраст, по среднему атомному номеру РЭМ изображений в отраженных электронах, получено распределение рудных и нерудных минералов в поле зрения электронного микроскопа, из которого следует, что содержание кварца составляет 74,4%, а магнетита 25,6%. Для количественной оценки распределения субмикронных частиц по размерам был использован метод лазерной спектроскопии [2]. По результатам экспериментов отмечается, что число минеральных частиц размером 1,0-5,0 мкм составляет $\sim 60\%$ от их общего количества, а частиц менее 0,5 мкм $\sim 15,0\%$.

Таким образом, применение методов РЭМ и лазерной спектроскопии позволяет успешно решить задачу оценки дисперсного и минерального состава субмикронных частиц при разрушении горных пород. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 14-05-00446)

1. С.Д. Викторов. Вестник РАН, 2013, Т.83, №4, С.1-7.
2. С.Д.Викторов, А.Н.Кочанов. Изв. РАН, Сер. Физ., 2013,Т.77, №3, С.333.

Строение поверхности силоксан-уретан-этиленоксидных блок-сополимеров

И.О. Волков, Л.В. Филимонова, Л.И. Макарова, О.В. Синицына,
А.А. Бурмистров, А.А. Анисимов, О.А. Белякова, Г.Г. Никифорова,
Е.М. Белавцева

*ФГБУН Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН,
119991, г. Москва, ул. Вавилова, 28, Россия*

Методами рентгеновской дифракции, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), атомно-силовой (АСМ) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) исследована серия силоксан-уретан-этиленоксидных блок-сополимеров. Изученные сополимеры представляют интерес тем, что могут сочетать в себе уникальные свойства полисилоксанов (гидрофобность, газопроницаемость, низкая температура стеклования, низкая поверхностная энергия, биологическая инертность) с гидрофильностью, термочувствительностью, био- и гемосовместимостью олигоэтиленоксида (ОЭО). Отсутствие в их структуре связей Si-O-C обеспечивает гидролитическую стабильность, а наличие уретановых группировок, способных образовывать водородные связи, может оказывать дополнительное влияние на структурообразование.

Сополимеры получали по одностадийной методике взаимодействием олигосилоксандиолов общей формулы:

$$\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OCH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}-[\text{SiR}_2\text{O}]_n-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$$

(R = -CH₃, -C₂H₅) и ОЭО, (-CH₂CH₂O-) _m, с 4,4'-дифенилметандиизоцианатом. Были получены сополимеры, которые отличались между собой числом повторяющихся звеньев (длиной) силоксанового, n, и олигоэтиленоксидного, m, блоков, а так же заместителем (радикалом) при атоме кремния R (-CH₃ или -C₂H₅). Исследуемые образцы представляли собой пленки, отлитые из раствора в хлороформе на целлофановую подложку. Толщина пленок составляла 100 мкм.

При m ≥ 30 фаза ОЭО в изученных сополимерах приобретает способность кристаллизоваться. Степень кристалличности, определенная методом рентгеновской дифракции, зависит как от объемного состава, так и, вероятно, от предыстории образца, и, в общем случае, увеличивается при увеличении содержания ОЭО.

Методом АСМ на поверхности частично кристаллизующихся сополимеров наблюдаются фибриллы; высота фибрилл изменяется от 1 до 5 нм, диаметр варьируется от 40 до 100 нм. Методом СЭМ установлено, что в зависимости от m, степени кристалличности и заместителя при атоме кремния фибриллы образуют снопы, агломераты снопов, сферолиты. Сфе-

ролиты крупные; их диаметр, в зависимости от образца, составляет от 100 до 900 нм.

Методом РФЭС установлено, что поверхность изученных образцов обогащена силоксановым блоком, что обусловлено его низкой поверхностной энергией. Степень обогащения поверхности силоксановым компонентом в случае диметилсилоксановых сополимеров выше по сравнению с диэтилсилоксановыми, что так же может быть связано с разницей в поверхностной энергии [1]. Следует отметить, что состав поверхности сополимеров коррелирует с относительным содержанием компонентов в объеме, но практически не зависит от степени кристалличности и абсолютной длины блоков. Вероятно, это связано со статистическим характером сополимеров, получаемых по одностадийной методике.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, код проекта 15-03-01025-а.

1. *М.В. Соболевский, И.Ш. Скороходов, К.П. Гриневич. Олигоорганосилоксаны. Свойства, получение, применение. М.: Химия, 1985.*

АСМ природных стекол – о природе наблюдаемой шероховатости

Е.А. Голубев

*Институт геологии Коми НЦ УрО РАН,
167982 Сыктывкар, Первомайская 54, Россия*

Стекла чрезвычайно широко распространены в земной коре и имеют значительный диапазон химического состава, структурных особенностей и свойств вследствие разнообразия геологических условий образования [1], к которым относятся: (i) взрывные и ударные процессы, приводящие к плавлению пород и формированию импактитовых стекол; (ii) часто сопровождающиеся переносом расплавленного вещества на значительные расстояния (так образуются тектиты); (iii) плавление пород на контакте с магмой (бухиты); (iiii) закалка магматических расплавов (обсидианы) и пр. Наиболее широко представлены в природе кремнеземные стекла.

Имеется много экспериментальных свидетельств того, что стекла являются гетерогенными в нанометровом масштабе. Эта гетерогенность может быть вызвана как флуктуациями плотности в чистом диоксиде кремния, так и флуктуациями состава в многокомпонентных стеклах. Наибольшее количество наблюдений накоплено по искусственным стеклам. Структурные различия, обусловленные условиями застывания, концентрацией и составом примесей, содержанием воды, способствуют формированию наноразмерных особенностей строения, изучение которых активизировалось с появлением атомно-силовой микроскопии [2-4]. Целью данного исследования является попытка связать данные, прежде всего спектроскопические, о строении и химических связях в природных стеклах с результатами АСМ-наблюдения их поверхности.

Объектами нашего исследования послужили: импактные стекла, *иргизит* – из кратера Жаманшин (Казахстан) и *ливийское стекло* (Египет); вулканогенный *обсидиан* (п-ов Камчатка), и относимый к стеклам-тектитам *молдавит* (Чехия). Структура образцов определялась рентгеновским методом и спектроскопией КР, химическая структура определялась методом ИК спектроскопии, атомарное строение части образцов наблюдалось с помощью ВРЭМ, локальный химический состав оценивался рентгеноспектральным микрозондовым анализом и наноразмерные структурные особенности выявлялись с помощью АСМ.

В отличие от искусственных стекол, микроскопическая неоднородность которых проявляется в основном в случаях неомогенного фазового состава, для природных стекол такая неоднородность наблюдается и для практически гомогенных силикатных стекол. Неоднородность проявляется в виде

холмиков, размеры которых составляют первые десятки нанометров. Наименьшие размеры холмиков выявлены для ливийского стекла (18 нм), наибольшие - для обсидиана (40-60 нм). Природа таких холмиков традиционно связывается с нанокристаллитными особенностями строения стекол [3], однако снимки ВРЭМ показывают, что атомарные решетки в большинстве природных стеклах разупорядочены, и более вероятно объяснить их появление флуктуациями плотности либо химической неоднородностью стекол. Она связана с такой особенностью формирования стекол из расплавов, как скопление стеклообразователя (SiO_2) в домены, окруженные расплавом с более высоким содержанием катионов-модификаторов, в качестве которых выступают примеси, как правило, элементов первой и второй групп [5]. Прочность связи модификатор-кислород значительно ниже прочности связи стеклообразователь-кислород, поэтому модификаторы не образуют прочных координационных групп, и при раскалывании стекла обрыв связей происходит вдоль скоплений модификаторов.

По данным ИК-спектроскопии в области валентных колебаний кристаллического SiO_2 наблюдается последовательный сдвиг пика кварца в сторону меньших углов у ливийского стекла (1102 см^{-1}), иргизита, который дополнительно имеет плечи (1087 см^{-1}), молдавита (1084 см^{-1}) и обсидиана (1041 см^{-1}). Это говорит о том, что наиболее высокой степенью связанности тетраэдров (степенью полимеризации) обладает структура ливийского стекла. Таким образом, выявляется обратная зависимость степени полимеризованности структуры природных стекол от размеров неоднородностей на их поверхности. Прямой получается корреляция степени упорядоченности структуры стекол по рентгенографическим и КР-спектроскопическим данным с учетом многокомпонентности состава стекол.

1. *Henderson G.S.* The structure of silicate melts: glass perspective. // *Canadian Mineralogist*. 2005. V. 43. P. 1921–1958.
2. *Radlein E., Frischat G.H.* Atomic force microscopy as a tool to correlate nanostructure to properties of glasses // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1997. Vol. 222. P. 69–82.
3. *Heide G., Muller B., Kloess G., Moseler D., Frischat G.H.*, Structural classification of natural non-crystalline silicates. // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2003. Vol. 323. P. 68–71.
4. *Frischat G.H., Poggemann J.-F., Heide G.* Nanostructure and atomic structure of glass seen by atomic force microscopy // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2004. Vol. 345. P. 197–202.
5. *Анфилов Н.Н., Быков Н.Н., Осипов В.Н.* Силикатные расплавы. М.: Наука. 2005. 359 с.

Влияние подложки на химические свойства наночастиц золота

М.В. Гришин, А.А. Кирсанкин, А.К. Гатин, Б.Р. Шуб

*Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН,
г. Черноголовка, Москва, Россия*

Нанесенные наночастицы золота были получены методом пропитки. В качестве подложки использовались поверхности пиролитического графита и оксида кремния. Для формирования наночастиц на подложку помещали 1 мкл водного раствора HAuCl_4 с концентрацией золота $2,5 \times 10^{-5}$ мг/л. Затем образец высушивался на воздухе, а после помещался в вакуумную установку и прокаливался в условиях сверхвысокого вакуума (2×10^{-10} Торр) при $T = 500$ К в течение 6 часов. Эксперименты по определению морфологических, электронных и адсорбционных свойств нанесенных наночастиц золота проводили методом сканирующей туннельной микроскопии и спектроскопии.

Формирование наночастиц золота на поверхности графита происходит преимущественно вблизи дефектов (границы террасы, атомные вакансии). Золото представляет собой либо изолированные наночастицы размером 4-5 нм, либо крупные агломераты с латеральным размером 40-100 нм, состоящие из отдельных 5 нм наночастиц. Вольт-амперные характеристики туннельного контакта, включающие наночастицы золота, и в области чистого графита соответствуют туннельному контакту острия сканирующего туннельного микроскопа с проводником.

Адсорбция водорода не приводит к изменению формы и размеров наночастиц золота на графите. Вольт-амперная характеристика туннельного тока для наночастиц золота с адсорбированным водородом характеризуется участком с нулевой проводимостью, ширина которого составляет порядка 0.8 В. Измеренная с помощью метода термодесорбции нижняя граница энергии связи между водородом и золотом составила 1.7 эВ. Кислород на чистых наночастицах золота на графите не адсорбируется. Адсорбция кислорода фиксируется только после предварительной экспозиции наночастиц в водороде. Вольт-амперные характеристики туннельного тока, измеренные на наночастицах золота с адсорбированными кислородом и водородом, качественно не отличаются от зависимостей, полученных на наночастицах золота, покрытых только водородом, при этом никаких особенностей на кривых, характерных при образовании гидроксильной группы или молекул воды, не обнаружено.

Для оценки реакционной способности наночастицы золота на графите, покрытые сначала водородом, и затем кислородом, экспонировали в водо-

роде. На части кривых, измеренных в том случае, когда острие микроскопа находилось над наночастицей, наблюдаются особенности – локальные максимумы. Расстояния по оси абсцисс между максимумами равны приблизительно 0.2 В и 0.43 В. Наличие особенностей на вольт-амперных кривых объясняется резонансным туннелированием электронов через уровни электронно-колебательного возбуждения молекул воды.

Размер единичных наночастиц золота на оксиде кремния составляет 4-5 нм. Анализ данных вольт-амперных кривых позволяет сделать вывод о том, что адсорбция водорода на наночастицах золота на оксиде кремния описывается теми же закономерностями что и адсорбция водорода на наночастицах золота на графите. А именно: водород на золотых наночастицах адсорбируется диссоциативно, энергия связи Au-H составляет порядка 1.7 эВ. На вольт-амперных кривых для наночастиц золота на оксиде кремния, экспонированного сначала в водороде, а затем в кислороде, появляются локальные максимумы, характерные для образования молекул воды.

Таким образом, можно заключить, что в отличие от наночастиц золота на графите экспонирование золотых наночастиц на оксиде кремния в водороде, а затем в кислороде приводит к образованию воды. Причины наблюдаемого различия в реакционной способности золотых наночастиц на разных подложках могут быть связаны с различным электронным состоянием подложки. По-видимому, золотые наночастицы заряжаются по-разному в зависимости от электронной структуры подложки.

Физико-химические свойства борорганических наночастиц, нанесенных на различные подложки

М.В. Гришин, В.А. Харитонов, А.К. Гатин, В.Г. Слущкий, Б.Р. Шуб

*Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН,
ул.Косыгина, 4, Москва, Россия*

Физико-химические свойства борорганических наночастиц (БОН), синтезируемых на основе карборана $C_2B_{10}H_{12}$, представляют большой интерес как в силу уникальных свойств самих наночастиц, так и широкого потенциального спектра применений исходного карборана, среди которых применение в катализе [1-4]. В ряде работ [5,6] было показано, что электронная структура и свойства БОН существенно зависят от строения этих наночастиц, в частности, от наличия в их составе объемно-ароматических боруглеродных икосаэдров C_2B_{10} , также входящих в состав молекул вещества предшественника БОН – карборана $C_2B_{10}H_{12}$, которые обеспечивают покрытие БОН на графите металлический тип проводимости. Этот факт делает удобным контроль состояния покрытия БОН и отдельных единичных БОН средствами сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) в ходе исследования их физических и химических свойств.

Целью данной работы было сравнение физико-химических свойств БОН, нанесенных на различные подложки (высоко упорядоченный пиролитический графит – ВУПГ, Al_2O_3 и SiO_2), исследовались на примере взаимодействия с газообразным аммиаком. При этом состояние поверхности образцов контролировалось средствами СТМ, в то время как состояние газовой фазы анализировалось с помощью масс-спектрометрии.

Масс-спектры газообразных компонентов в вакуумной камере показали ряд линий, соответствующих исходным веществам и продуктам их распада. Линии с $M/e = 2$ и 28 соответствуют H_2^+ и N_2^+ , образовавшимся из продуктов разложения NH_3 , $M/e = 17$ - в основном соответствуют ионам NH_3^+ , образующимся непосредственно из реагента NH_3 . Степень разложения аммиака, достигаемая за счет покрытия БОН, определяли путем сравнения результатов экспериментов с БОН на подложке и контрольных экспериментов с подложками без БОН. Таким образом, относительный вклад БОН в конверсию аммиака составляет 2,8%, 2,3% и 1,2% для ВУПГ, Al_2O_3 и SiO_2 подложек соответственно.

Данные сканирующей туннельной спектроскопии показали, что физические характеристики БОН не претерпевают изменений в процессе взаимодействия с NH_3 . В то же время, формы вольт-амперных характеристик (ВАХ) туннельного тока, измеренных для покрытий БОН на подложках различной природы, значительно отличаются. Для образца с БОН на гра-

фите они соответствуют ВАХ наноконтактов, образованных проводниками. Напротив, для БОН на Al_2O_3 и SiO_2 ВАХ диодоподобны, т.е. демонстрируют резкую асимметрию положительных и отрицательных ветвей напряжения. При этом ВАХ для образцов с БОН смещены относительно ВАХ, измеренных на чистых подложках в 0,2 В и 0,6 В для Al_2O_3 и SiO_2 . Такой сдвиг означает возникновение разности потенциалов между БОН и подложкой за счет перехода электронов в БОН.

Таким образом, можно утверждать, что существует корреляция между свойствами нанесенных БОН, демонстрируемыми при взаимодействии с аммиаком, и их потенциалом относительно подложки. Этот результат можно объяснить следующим образом. Разложение NH_3 – это неразветвленный цепной процесс, в котором радикалы зарождаются при распаде аммиака $\text{NH}_3 \rightarrow \text{NH}_2\cdot + \text{H}\cdot$, происходящего с достаточно высокой энергией активации (750 К). Карборан легко трансформируется в бирадикал $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}\cdot\cdot$. При этом двухстадийное образование радикалов в системе $\text{NH}_3/\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$ по схеме $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}\cdot\cdot + \text{NH}_3 \rightarrow \text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}\text{H}\cdot + \text{NH}_2\cdot$, $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}\text{H}\cdot \rightarrow \text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12} + \text{H}\cdot$ должно происходить с большей скоростью, чем одностадийное $\text{NH}_3 \rightarrow \text{NH}_2\cdot + \text{H}\cdot$. Поскольку БОН состоят из связанных между собой частично дегидрированных молекул $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$, то на поверхности БОН также легко должны образовываться бирадикалы, ускоряющие зарождение радикалов $\text{NH}_2\cdot$ и $\text{H}\cdot$, что и объясняет физико-химические свойства БОН при распаде аммиака. Наличие у БОН отрицательного потенциала относительно подложки означает возникновение отрицательного заряда у БОН. Избыточные для БОН электроны заполняют верхние энергетические орбитали БОН и препятствуют образованию бирадикалов, поскольку их образование предполагает переход одного из валентных электронов БОН на свободный более высокий энергетический уровень. При этом, чем выше потенциал БОН, тем меньше будет концентрация бирадикалов на поверхности БОН и, соответственно, меньше каталитический эффект, что и наблюдается в экспериментах.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты 14-03-31068, 14-03-00156, 14-03-90012, 13-03-00391, 15-03-00515.

1. J. Zhao, P. Huang, G. Chen, M. Zhan, Inorganic Chemistry Communications, 2012, 15, 321T.
2. Z. Xie, Pure Appl. Chem., 2003, 75(9), 1335.
3. S. E. Lyubimov, A. A. Tyutyunov, V. N. Kalinin, E. E. Said-Galiev, A. R. Khokhlov, P. V. Petrovskii, V. A. Davankov, Tetrahedron Letters, 2007, 48, 8217.
4. T. J. Wedge, M. F. Hawthorne, Coordination Chemistry Reviews, 2003, 240, 111.
5. Гришин М.В., Слуцкий В.Г., Харитонов В.А., Гатин А.К., Шуб Б.Р., Химическая физика, 2013, 32, 7, 15-20.
6. А. К. Гатин, М. В. Гришин, Н. Н. Колченко, В. Г. Слуцкий, В. А. Харитонов, Б. Р. Шуб, Известия Академии наук. Серия химическая, 2014, 8, 1815-1822

РЭМ и РСМА исследование модификации поверхности базальтового стекловолокна различного состава посредством кислотного гидролиза в широком интервале рН

А.В. Кнотько¹, А.В. Ситанская¹, Д.Д. Паньшина¹, В.К. Иванов^{1,2}

¹ *Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119991, г. Москва, Россия*

² *Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, г. Москва, Россия*

Одной из актуальных задач материаловедения является получение высококачественного базальтового волокна (БВ), обладающего высокими механическими свойствами. Изделия на основе БВ - материал XXI века, который используется в теплоизоляции, звукоизоляции, а также в современных строительных композитах. Наиболее практически значимыми характеристиками БВ являются высокие значения модуля упругости, твердость, износостойкость. Основным ограничением БВ является низкая коррозионная стойкость в агрессивной химической среде. Поэтому повышение устойчивости БВ к химической деградации является перспективным направлением. Другим важным аспектом является степень адгезии армирующего волокна в матрице композита. Процессы образования и последующего роста зародышей кристаллических и рентгеноаморфных новообразований являются ключевым фактором, определяющим прочностные характеристики многих композиционных материалов различной химической природы, включая и основанные на использовании неорганических вяжущих и армирующих материалов. Одним из важнейших факторов, управляющих микроструктурой и свойствами композитов, является структурная (микроморфология и химический состав, включающий содержание катионов и гидроксогрупп) организация поверхности армирующего или наполнительного компонента композиционного материала, которая может регулировать в том числе посредством кислотного гидролиза в различных условиях.

Целью настоящей работы является исследование механизмов и условий проведения химической модификации приповерхностного слоя неорганических базальтовых волокон, широко используемых для оптимизации их использования при армировании композитов конструкционного назначения. Задачи, стоящие при выполнении работы – исследование механизмов и условий проведения химической (через гидратацию с выщелачиванием подвижных катионов) модификации приповерхностного слоя базальтового стекловолокна различного состава; элементный микроанализ поверхности

волокон и элементный анализ кислотных растворов, провзаимодействовавших с волокном; выяснение микроструктурных эффектов кислотной обработки поверхности волокна.

Исследования изучаемых объектов методом растровой электронной микроскопии проводились на микроскопе LEO SUPRA 50 VP во вторичных электронах в режиме низкого (40 Па азота) вакуума, рентгеноспектральный микроанализ проводился с помощью энергодисперсионного спектрометра X-MAX (Oxford Inst.), установленного на упомянутом микроскопе, катионный состав кислотной вытяжки.

Объектом изучения были базальтовые волокна различного состава, в том числе с существенным различием кислотности. Были исследованы кинетика кислотного гидролиза волокон в растворах HCl с концентрацией 10^{-4} - 2М, его воздействие на микроструктуру и состав их поверхности.

Проведенные исследования показали, что повышение кислотности волокна закономерно изменяет скорость взаимодействия волокна с кислым раствором при относительно высоких (0.01М и более) концентрациях кислоты, но слабо влияет на скорость гидролиза при малых концентрациях кислоты. Кислотный гидролиз базальтового стекловолокна при высокой (также 0.01М и более) кислотности среды приводит к формированию на поверхности волокна наблюдаемого на РЭМ микрофотографиях гидратированного слоя, причем при обработке волокна 0.1М кислотой наблюдается отслаивание этого слоя, при обработке 2М кислотой, как и при обработке растворами HCl с концентрацией 0.01М и ниже, наблюдаемая на РЭМ микрофотографиях поверхность волокна оказывается гладкой, несмотря на полное вымывание (по данным РСМА) катионов металлов, за исключением некоторого количества Al. Также интересно отметить, что кислотный гидролиз сопровождается (по данным элементного анализа кислотный вытяжек) вымыванием в раствор не только малозарядных катионов металлов, но и заметной части Al и Si (последнего, вероятно, частично в коллоидной форме).

Работа выполнена при поддержке программы №8 ОХНМ РАН.

Применение растровой электронной микроскопии для типизации пород коллекторов нефти и газа

В.А. Кузьмин, Н.А. Скибицкая

*Институт проблем нефти и газа РАН (ИПНГ РАН),
г. Москва, ул. Губкина 3*

С развитием электронно-микроскопических порометрических методов становится актуальной задача разработки классификационной схемы пород-коллекторов нефти и газа на основе особенностей порового пространства, так как это позволяет проводить их типизацию с учетом влияния порометрических особенностей на нефтеотдачу. В лаборатории ИПНГ РАН на протяжении ряда лет проводились микроструктурные исследования пород из продуктивных пластов различных месторождений, с применением катодolumинесцентной растровой электронной микроскопии [1], и программного порометрического анализа РЭМ-изображений [2]. Проведенные исследования показали наличие в таких породах системы пор-емкостей, соединенных протяженными поровыми каналами (рис.1)

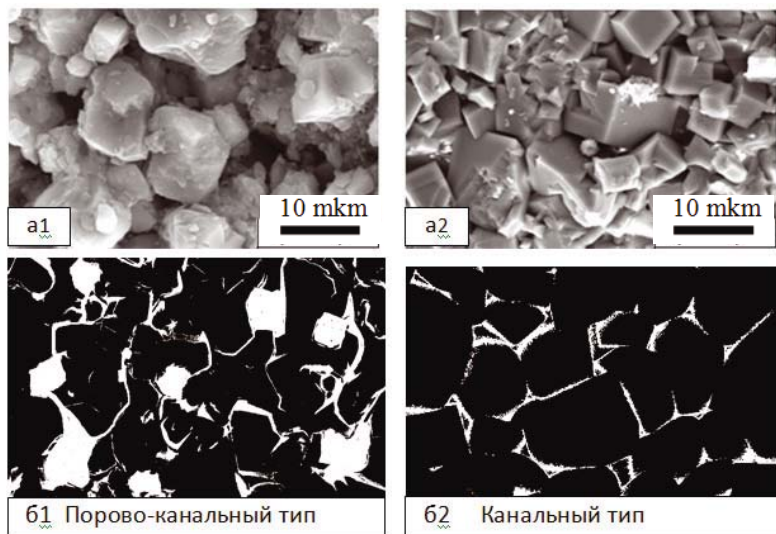


Рис.1. РЭМ- изображения микростроения карбонатных пород с различным типом порового пространства в карбонатной матрице (а- стандартный режим, б- катодolumинесценция).

На основе анализа порометрических данных коллекторов из различных месторождений, нами были выделены породы с различным видом поровой системы (таб. 1).

Таблица 1. Типы порового пространства в породах-коллекторах нефти и газа

№	Тип	Характеристика	Координационное число*	Нефтеотдача
1	Поровый	Полностью состоит из пор контактирующих друг с другом.	(контакты)	
2	Порово-канальный	Преобладают поры, а соединяющие их каналы по длине соизмеримы с размерами этих пор.	<3	
3	Канально-поровый	Преобладают протяженные каналы, а количество пор меньше чем каналов.	3-(8-10)	
4	Канальный тип	Существенно преобладают каналы, а поры отсутствуют либо присутствуют как единичные включения.	> 10	
5	Сложный	Сочетание 1-4 типа с микротрещиноватостью	<3 -> 10	
6	Микротрещиноватый	Плотная практически непроницаемая матрица и микротрещины.		

*-координационное число для поровой системы в области существенной фильтрации.

Предложенная классификация позволяет прогнозировать эффективность различных методов разработки углеводородных месторождений.

1. Kuzmin V.A. // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2007. Vol. 1, No. 6. P. 687–690.
2. Большаков М.Н., Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. № 8. С. 108.

Сопоставление показателей формы треков, созданных α -частицами в полимерном детекторе и измеренных с применением оптического и растрового электронного микроскопов

М.В. Ломакин, В.А. Стебельков

*НП «Лаборатория анализа микрочастиц»,
117218, г. Москва, Большая Черёмушкинская, 25, Россия*

Для обнаружения и локализации источников, содержащих радиоактивные элементы, излучающие, в частности, α -частицы, широкое применение находят трековые детекторы. Наибольшее распространение получили детекторы в форме плоскопараллельных пластин из полимера CR-39, который обеспечивает высокую эффективность регистрации. Ускоренные заряженные частицы, проникая в полимер, создают вдоль траектории пробега скрытые структурные дефекты. Треки в виде лунок или каналов образуются вдоль следа дефектов после селективного химического травления. Их размеры варьируются от единиц до десятков микрометров, а форма для выбранного типа детектора зависит от энергии частиц и от угла влёта при условии соблюдения режима травления. Для наблюдения треков и измерения показателей, описывающих их форму, традиционно применяются оптические микроскопы (ОМ), оснащенные цифровыми фотокамерами для регистрации изображений. Принято считать, что длина трека, дно которого удалено от поверхности детектора, является той мерой, которая однозначно определяется энергией создавшего его иона (при тех же заряде и массе). На практике эту длину удалось корректно измерить с помощью конфокального ОМ [1]. В большинстве же известных работ по данной тематике обмер формы треков осуществляется по изображениям, полученным в обычном ОМ в режиме на отражение. Так как пластина детектора прозрачна и имеет толщину около 1 мм, то разные части треков можно наблюдать с облучённой и необлучённой сторон. На последней чёткая визуализация находящихся на разной глубине донных участков треков достигается смещением плоскости фокусировки от поверхности пластины детектора. Измеряется диаметр образующейся на конце трека полусферы, который зависит от энергии α -частиц. При этом не всегда удается изображения концов нескольких треков в одном кадре сделать резкими, что затрудняет автоматизацию измерений. Радионуклид – источник можно идентифицировать по среднему значению измеренных диаметров полусфер в скоплении и данных калибровки. Известны также работы, в которых энергия α -частиц оценивается по размерам входных отверстий (круглой или эллипсовидной формы) треков на поверхности облучённой стороны. При её просмотре фокусировка осу-

ществляется на поверхность детектора. При этом отверстия отображаются с одинаковой резкостью в поле кадра. Определяемые показатели – диаметр или малая полуось. Процедура их измерений может быть существенно упрощена с применением программ обработки и анализа изображений скоплений треков. Диаметры отверстий на плоской поверхности детектора можно измерять не только на ОМ, но и на растровых электронных и атомно-силовых микроскопах [2,3]. В данной работе представлены результаты измерений разных показателей формы треков, полученные по микрофотографиям, снятым в ОМ и РЭМ с каждой стороны детекторов, облучённых от одних и тех же источников. После их сопоставления удалось обоснованно выбрать тот из упомянутых выше способов, который представляется перспективным для реализации методики измерений энергии α -частиц с применением трековых детекторов.

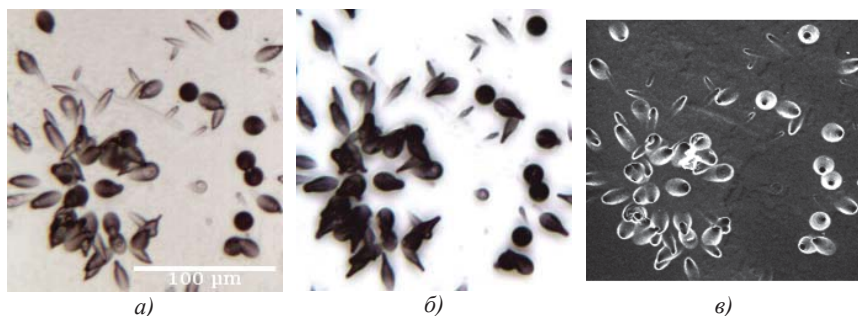


Рис.1. Микрофотографии лицевой (а, б) и обратной (б) сторон трекового детектора CR-39, полученные в ОМ в режиме на отражение и в РЭМ (в). Треки образовались после облучения от плоского источника, содержащего ^{241}Am ($E\alpha = 5.49$ МэВ), и травления. Изображение на рис.1 (б) представлено зеркально отраженным.

1. D. Wertheim, G. Gillmore, L. Brown, and N. Petford, *Nat. Hazards Earth Syst. Sci.*, 2010, 10, 1033–1036.
2. P.A. Mosier-Boss, L.P.G. Forsley, P. Carboneille, M.S. Morey, J.R. Tinsley, J.P. Hurley, F.E. Gordon, *Radiation Measurements*, 2012, 47, 57-66.
3. K.N. Yu, F.M.F. Ng, D. Nikezic, *Radiation Measurements*, 2005, 40, 380-383.

Экспериментальная фоссилизация мягких тканей животных в глинистых минералах

Е.Б. Наймарк, Л.В. Зайцева

Палеонтологический институт им. Борисяка РАН, Москва, Профсоюзная ул., 12,;
E-mail: naimark@paleo.ru

Ископаемые остатки мягкотелых организмов в лагерштеттах на сегодняшний день являются основным поставщиком информации по разнообразию древнейшей фауны многоклеточных животных и по ранним этапам их эволюции. Фоссилии этого типа представляют собой плоские алюмосиликатные отпечатки, совмещенные с углеродистыми пленками. Однако остается совершенно не ясным, как и почему сохранялись неминерализованные части животных, которые во всех других случаях должны подвергаться быстрому разложению. Одним из подходов к изучению механизма образования лагерштеттов является экспериментальное моделирование процессов захоронения мягкотелых организмов и изучение захороненных остатков. Этот путь позволяет зафиксировать начальные физико-химические процессы при захоронении, а также динамику быстрой фоссилизации неминерализованных органических остатков.

Были предприняты долговременные эксперименты по захоронению мелких ракообразных. Эксперименты продолжались два года, показав исключительную эффективность актуалистического подхода. Модельные организмы (*Artemia salina*, *Daphnia sp.*) помещались в равномерно перемешанную глинистую (каолинит или монтмориллонит) суспензию в пресной воде, имитировалось захоронение в турбидитных потоках. Осадок с объектами выстаивался при ограниченном доступе O_2 , в темноте, при комнатной температуре. Было установлено, что в таких условиях происходит самоконсервация органики за счет прекращения роста бактериальных деструкторов и из-за коагуляции белков (дубления) комплексами Al , а также фоссилизация органики производными глинистых минералов. Ключевая задача состояла в демонстрации процесса быстрой фоссилизации. Объекты исследования имели толщину 1-5 мкм и были неоднородны по составу (под слоем тонкой кутикулы лежит слой структурированного хитина, под которым находятся элементы мягкой анатомии). Для выполнения задачи применялось элементное картирование SEM/EDX (СЭМ Zeiss EVO50 с микроанализатором INCA Oxford 350). Исследование проводилось при разных ускоряющих напряжениях: 5 и 15 кВ. Это позволило тестировать объекты на разной глубине: 0.5-1.5 мкм и 1- 3 мкм соответственно. Такая методика применялась для исследования палеонтологических объектов впервые.

Применение этой методики показало неравномерное минеральное замещение разных слоев органических остатков. Важно, что такое послойно-неравномерное замещение напоминает картину распределения элементов в реальных фоссилиях мягкотелых беспозвоночных, когда тонкие органические пленки наложены на алюмосиликатные варианты, и иногда с преобладанием силикатов.

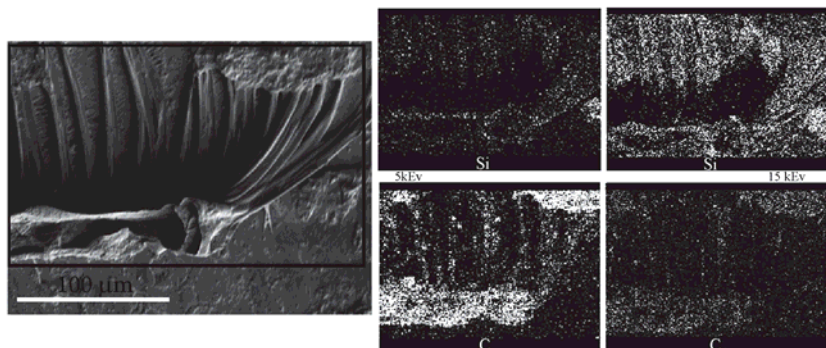


Рис.1. Элементное картирование SEMEDX образца (конечность *Daphnia* sp.) после 17 месяцев экспериментального захоронения; показано относительное содержание Si и C при разных ускоряющих напряжениях: 5 и 15 кВ.

Применение сканирующей электронной и зондовой микроскопии для изучения продуктов современной вулканической деятельности

В.М. Округин^{1,2}, Н.А. Малик¹, С.В. Москалева¹, В.В. Козлов³,
Е.Ю. Плутахина^{1,2}, Т.М. Философова¹, В.М. Чубаров¹, М.В. Чубаров¹,
Д.А. Яблокова^{1,2}, О.А. Зобенько^{1,2}, Ш.С. Кудяева^{1,2}

¹ Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, 683006, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

² Камчатский государственный университет имени Витуса Беринга, 683032, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

³ Oxford Instruments OM - Moscow Office, 105005, Москва, Россия

Значение методов аналитической сканирующей микроскопии (SEM) и локального рентгеноспектрального с электронным зондом микроанализа (ЕМРА) для изучения продуктов современной вулканической деятельности трудно переоценить. Исследования проводились в лабораториях вулканогенного рудообразования ИВиС ДВО РАН (Vega 3 Tescan; Camebax 244) и ВТИ (демонстрационный комплекс Tescan Lyra 3 (FE SEM)). Объекты изучения – сублиматы и возгоны таких действующих вулканов Камчатского края как Авачинский, Мутновский, Горелый, Кизимен, Плоский Толбачик.

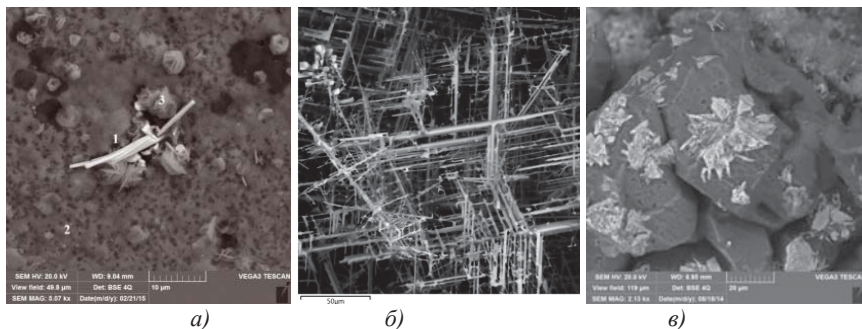


Рис. 1. Формы выделения: а) йодида свинца и теллура (1) в ассоциации с мышьяковистой серой (2) и сложным кислородным соединением йода и мышьяка (3); б) хлоридов натрия и калия, образующих каркасные структуры; в) минералов группы гринокит-сфалерит (CdS-ZnS) на кристаллах тенардита (Na_2SO_4). Авачинский вулкан. SEM, Vega 3 Tescan.

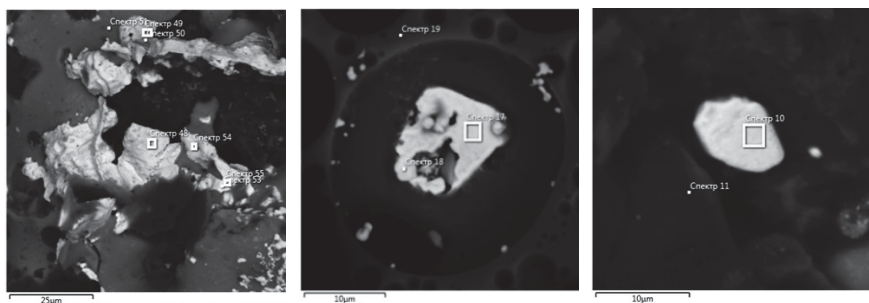
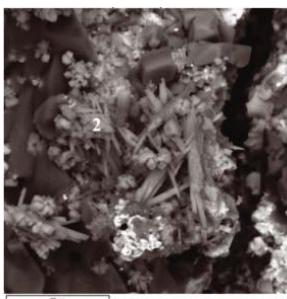
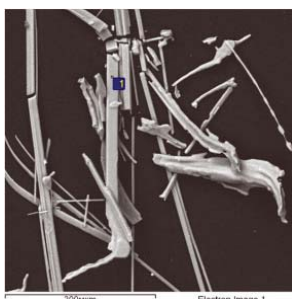


Рис. 2. Микроморфология йодида таллия (белые зёрна) в фумарольных ассоциациях Авачинского вулкана. SEM, Vega 3 Tescan.



Название спектра	1	2
O	36.42	54.88
Mg	10.56	
S		20.60
Cl	44.8	
K	8.22	5.84
Rb		1.58
Cs		17.09
Сумма	100	100

Рис. 3. Новые минералы в возгонах вулкана Авачинский, для идентификации которых необходимо получение дополнительных данных (составы в вес %). SEM, Vega 3 Tescan.

1. *Серафимова Е.К., Овсянников А.А., Муравьев Я.Д.* Вулканические эксгаляции вулкана Авачинский в постэруптивном процессе после извержения 1991 г. // Вулканология и сейсмология, (2002), 4, 22-30.
2. *Малик Н.А., Зеленский М.Е.* О температуре и составе газа фумарол вулкана Авачинский в 2012-2013 г. // Материалы ежегодной конференции, посвященной Дню вулканолога «Вулканизм и связанные с ним процессы», (2014).
3. *Плутахина Е.Ю., Малик Н.А.* новые данные о фумарольной сере Авачинского вулкана // Материалы XI региональной молодёжной конференции "Природная среда Камчатки", (2012), 31-40.

Возможности сканирующей электронной и зондовой микроскопии при изучении форм нахождения меди в продуктах извержения Толбачинской зоны ареального вулканизма (Камчатка)

В.М. Округин^{1,2}, В.В. Козлов³, Н.А. Малик¹, С.В. Москалева¹,
Т.М. Философова¹, М.В. Чубаров¹, Ш.С. Кудяева^{1,2}

1 Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН,

683006, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

2 Камчатский государственный университет имени Витуса Беринга,

683032, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

3 Oxford Instruments OM - Moscow Office, 105005, Москва, Россия

Изучение форм нахождения рудообразующих элементов на различных стадиях проявления и эволюции магматических процессов - одна из фундаментальных проблем учения о месторождениях полезных ископаемых. Вулканизм и связанные с ним явления - одна из составляющих этих процессов. Вулканы - природные лаборатории, которые раскрывают широкие возможности для всесторонних минералого-геохимических исследований. И они - естественные химические реакторы, в которых происходит синтез самых разнообразных соединений.

Известно, что значительная часть месторождений меди локализована в палеовулканических областях и в определенной степени связана с процессами вулканической и поствулканической деятельности. Однако такие аспекты проблемы - как металлогеническая специализация конкретных магматических (в первую очередь вулканических) комплексов, в виде каких минералов и соединений переносится и отлагается медь - остаются нерешенными.

Новые возможности открываются при комплексном применении новейших электронно-зондовых методов (SEM, EMPA), которые позволяют получить информацию о составе и микростроение сложных гигроскопичных минеральных агрегатов и соединений.

Объекты исследований - вулканы Толбачинской зоны шлаковых конусов - огромной лавовой равнины площадью около 875 км², ставшей ареной активной вулканической деятельности в голоценовое время [1, 2]. В них обнаружен спектр химических элементов (Cu, Zn, Pb, Au, Ag, Cd, In, Se, Te, As, Sb, Sn, Mo, Bi, V, Be, I, Br, Cl, Re), которые участвуют в строении более чем 135 минералов и соединений. Медь оказалась одним из самых распространенных химических элементов. Она присутствует в самородной форме,

образует сплавы с Sb, Fe, сульфидные глобулы с Fe, Ni, Co, оксиды, сульфиды, хлориды, сложные соединения с O, Cl, As, Se (рис. 1).

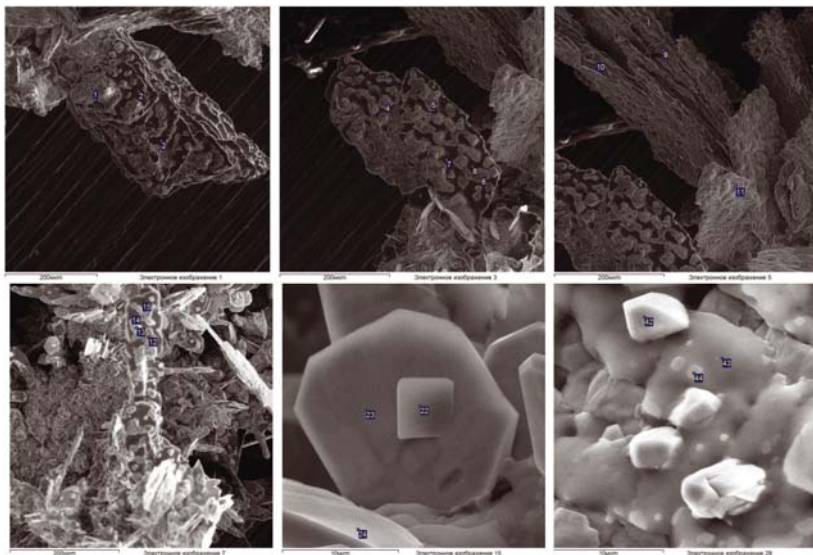


Рис. 1. Формы выделения тенорита (CuO) и сложных соединений меди в продуктах извержения ТТИ. СЭМ, Vega 3 Tescan.

Такое многообразие форм нахождения меди при значительных концентрациях в конденсатах вулканических газов можно объяснить: - геохимической специализацией зоны магмообразования; - металлогенической специализацией верхних горизонтов земной коры (Центральной Камчатки), обусловленной присутствием на некоторых глубинах меднопорфировых месторождений типа Кирганикского, Тымлата. Эти данные свидетельствуют о высокой перспективности меднопорфирового оруденения вулканических поясов Камчатки.

1. *Вергасова Л.П., Филатов С.К.* Новые минералы в продуктах фумарольной деятельности Большого Трещинного Толбачинского извержения // Вулканология и сейсмология (2012), 5, 3-12.
2. *Округин В.М.* О рудных минералах продуктов Большого Трещинного Толбачинского извержения // Вулканология и сейсмология. (1979), 2, 59-71.
3. *Округин В.М. Н.П. Ермаков и вулканогенное минерало- и рудообразование.* Смирновский сборник -2014, (2014), 73 -92

Новые данные о составе и структуре минералов современных и палеогидротермальных рудообразующих систем Камчатки (по данным SEM и ЕМРА)

В.М. Округин^{1,2}, Д.А. Яблокова^{1,2}, Е.Д. Скильская¹, К.О. Шишканова¹,
Т.М. Философова¹, С.В. Москалева¹, И.И. Чернев³, М.В. Чубаров¹

¹ Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, 683006, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

² Камчатский государственный университет имени Витуса Беринга, 683032, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

³ ОАО «Геотерм», 683000, г. Петропавловск-Камчатский, Камчатский край, Россия

Впервые для изучения состава и микроструктуры минералов современных и палеогидротермальных рудообразующих систем Камчатки был применен комплекс методов локального физико-химического анализа, включающий аналитическую сканирующую электронную микроскопию (SEM Vega 3 Tescan) и электронно-зондовой рентгеноспектральный микроанализ (ЕМРА Camebax). Объекты исследований - рудные (самородное золото, сульфиды Fe, Cu, Zn, Cd, сульфосоли Ag, Te, Se, Sb, Bi, As) и жильные минералы (кварц, карбонаты, адуляр, глинистые субстраты) с размерами от первых мм до наноуровня [1,2].

Получены первые данные о составе и микроструктуре горчичного золота эпитеpmальных золоторудных месторождений (Агинское, Асачинское, Озерновское). Показано, что оно отличается исключительно мелкими размерами (до 1 микрона и менее), сложным микростроением, наличием наноразмерных включений сульфидов, соединений теллура и высокой пробностью (рис. 1).

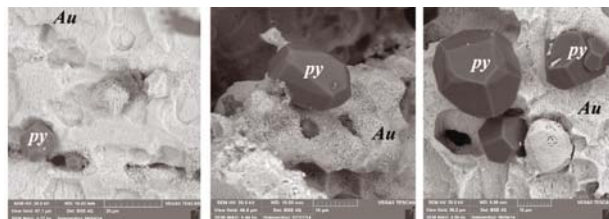
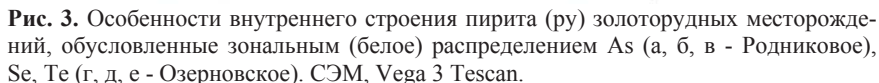
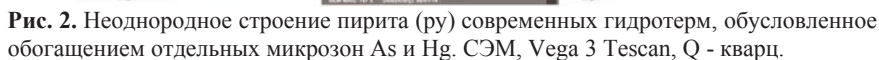


Рис. 1. Микростроение горчичного золота (Au) с нановключениями пирита (py). Агинское Au-Ag-Te месторождение. СЭМ, Vega 3 Tescan.

Сканирующая электронная микроскопия позволила изучить микроморфологию, микростроение и взаимоотношение сульфидных агрегатов с гли-



- 449

Определение состава конденсированных фаз ЭФК методами РЭМ

П.А. Осипов, А.Ж. Терликбаева, Р.А. Шаяхметова, Ж.Т. Ногаев

Республиканское государственное предприятие «Национальный центр по комплексной переработке минерального сырья Республики Казахстан»

При серноокислотной переработке фосфатного сырья с получением экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК) часть содержащихся в нем РЗМ переходят в раствор. Взаимодействие катионов РЗЭ с высоко-зарядными конденсированными фосфатными анионами является сложным процессом, включающим первичные и вторичные реакции протекающие с различной скоростью. Особенностью ортофосфатов редкоземельных металлов является то, что радикальная группа PO_4^{3-} обладает сравнительно большими размерами и поэтому образует наиболее устойчивые соединения с крупными катионами Ln^{3+} . При взаимодействии фосфата РЗЭ с водным раствором образуются основные гидратированные соли состава $9\text{LnPO}_4 \cdot \text{Ln}(\text{OH})_3$ [1].

При окислении Ce^{3+} до Ce^{4+} в фосфорнокислых растворах происходит образование комплексов CePO_4^+ , которые через комплекс CeSO_4^{2+} образуют, как полагают авторы [2], нерастворимые соединения $\text{Ce}_3(\text{PO}_4)_4$.

Кристалл подобного соединения церия, сформировавшегося в ЭФК в течение 30 суток, полученный на РЭМ - JSM-6490 LA (JEOL), показан на рисунке 1, где также приведены его спектрограмма и состав.

Поскольку для различных условий формирования конденсированной фазы из системы сложносолевого раствора образуются осадки различного состава и степени гидратации, мы решили остановиться на этом более подробно. В данном кристалле четко прослеживаются два соединения CaSO_4 и $\text{Ce}_3(\text{PO}_4)_4 \cdot \text{Ce}(\text{OH})_4$.

Мы рассмотрели составы соединений CaS_xO_4 и $\text{Ce}(\text{PO}_4)_y$, полученные по результатам анализа и определили, что $X, Y = A1 \cdot B2 / A2 / B1$, где $A1$, $A2$ – атомные веса, а $B1$ и $B2$ процентные соотношения первого и второго компонента соответственно.

Подставив значения, получили для сульфата кальция $X = 0,96$. В пределах ошибки это соответствует формуле CaSO_4 , и говорит о том, что весь объем серы был использован на образование соединения сульфата кальция. Для фосфата церия мы получили значение $Y = 0,51$ вместо ожидаемых 1,33 без учета гидратации. Следовательно, оставшаяся часть была скомпенсирована гидроксильной группой OH . Искомая формула гидратированного фосфата церия такова: $\text{Ce}_3(\text{PO}_4)_4 \cdot 5\text{Ce}(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$.

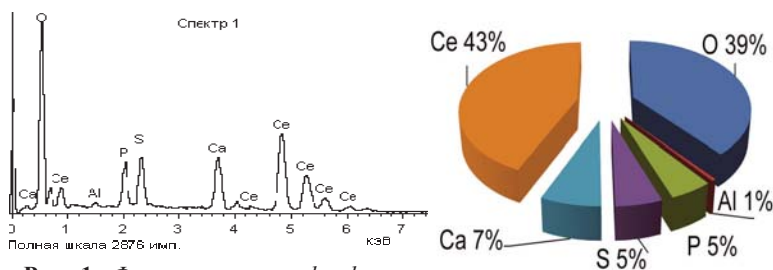
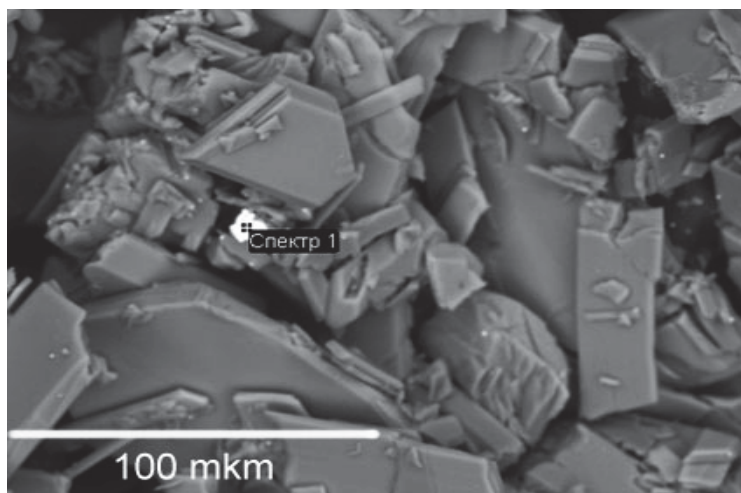


Рис. 1. Фото кристалла фосфата церия, полученное на РЭМ, его спектрограмма и состав данного кристалла.

Таким образом, методами РЭМ и спектрального анализа определен состав конденсированной фазы гидратированного фосфата церия, сформировавшегося из сложносоевой системы фосфатно–сернокислотных растворов экстракционной фосфорной кислоты, и показано, что по сравнению с трехвалентными ионами РЗМ, четырехвалентные ионы церия имеют значительно большую степень гидратации.

1. Д.Э. Чиркст и др. Изучение растворимости фосфата и фторида лантаноидов в фосфорнокислых растворах сложного солевого состава // ЖПХ. 1993. Т. 66. № 9. С. 1927-1933.
2. И.А. Дибров и др. Исследование кристаллизации фосфата церия в присутствии фосфата кальция. //ЖПХ. 1990. Т. 63. № 9. С. 1970-1976.

Исследование микрометеоритов из Байкала на микроанализаторе JXA8200

Л.А. Павлова¹, Е.В. Антипин²

¹ ФГБУН Институт геохимии им. А.П.Виноградова СО РАН,
664033, Иркутск, Фаворского, 1А, Россия

² ФГБУН Институт земной коры СО РАН,
664033, Иркутск, Лермонтова, 128, Россия

Информация о микрометеоритах и других формах космической материи в осадочных толщах Земли дает оценку скорости поступления космического вещества на нашу планету, о его объеме, а также позволяет судить о химическом составе первоисточника этого вещества. Микрометеориты — это частицы межпланетной космической пыли,

попавшие на поверхность Земли. Процесс падения микрометеоритов, как космической пыли, непрерывен и продолжается с момента образования Земли, являясь для нее фоновым явлением.

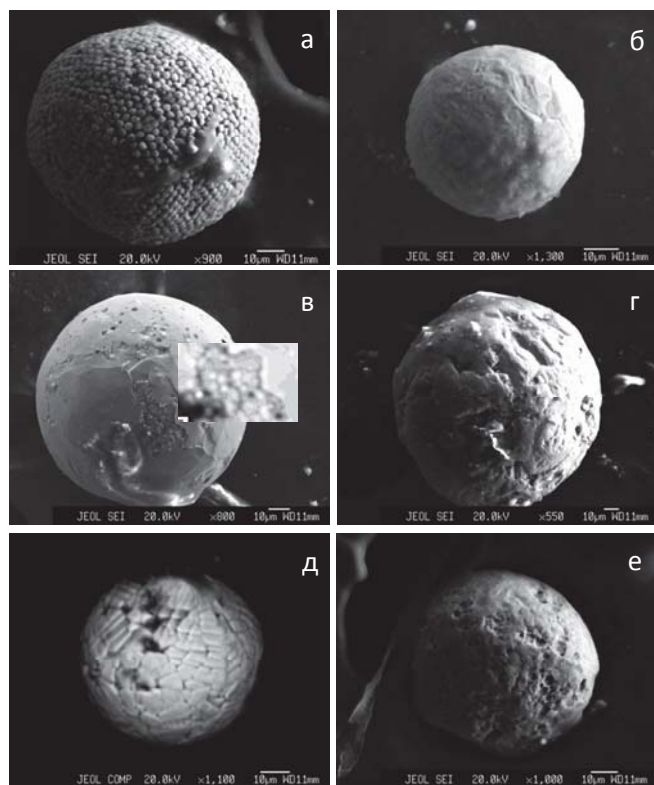


Рис. 1. Изображения микрометеоритов во вторичных и обратно рассеянных электронах, полученные на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе JXA8200.

Двадцать восемь микросфер, извлеченных из керна скважины 93/2 и 99/2, пробуренной в рамках проекта «Байкал-бурение» в осадочной толще озера Байкал [1], исследовали на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе JXA8200. На рис. 1 показаны несколько изученных нами микрометеоритов. В нашем случае все микрометеориты представляют собой сфероиды, большинство из которых идеальные микрошарики. Диаметры микрометеоритов от десятков до первых сотен микрон. Поверхность микрометеоритов иногда гладкая, но чаще имеет сложный графический узор. Космические микросферы имеют специфический химический состав, определить который из-за малых размеров микрометеоритов можно только локальными методами.

Выявлено, что основная часть изученных нами микросфер (18 штук) главным образом состоит из железа (от 45,9% до 73,9%). Девять микрометеоритов содержат в качестве основных элементов железо (от 25,6% до 43,2%) и углерод (от 20% до 51%). Особое внимание привлекает образец из интервала 7079-7081. В его составе обнаружено высокое содержание никеля (50,3%), что является одним из доказательств космического происхождения микрометеоритов. В качестве примера на рис. 2 приведены характерные спектры рентгеновского излучения от наиболее интересных микрометеоритов.

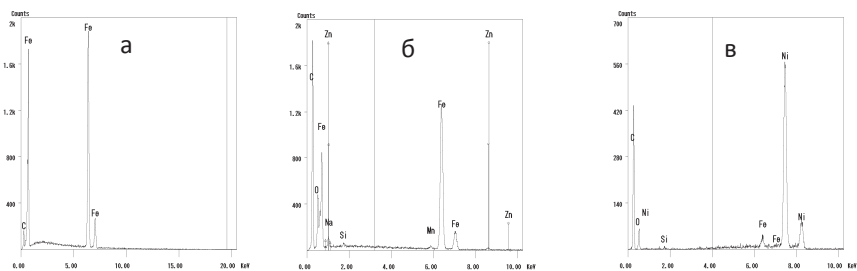


Рис. 2. Рентгеновские спектры от микрометеоритов содержащих в качестве основных элементов железо (а), железо и углерод (б) и никель (в). Спектры получены с помощью энергодисперсионного спектрометра EX-84055MU (JEOL Ltd, Япония) на микроанализаторе JXA8200.

Скрупулезное изучение посланников космоса, накопленных нашей планетой, в будущем может открыть тайну возникновения нашей вселенной, так как космические частицы, попадающие на Землю несут в себе неискаженную земными процессами информацию о своих родительских телах, которые являются частью космического пространства.

Муассанит в породах Бобруйской кольцевой структуры (Республика Беларусь)

Л.А. Павлова¹, В.И. Левицкий¹, В.В. Солодилова², Н.С. Завадич²

*1 ФГБУН Институт геохимии им. А.П.Виноградова СО РАН,
664033, Иркутск, Фаворского, 1А, Россия*

2 Научно-производственный центр по геологии, Минск, Республика Беларусь

В основных (габбро, долериты) и кислых (граниты и гранито-гнейсы, риолитового, дациты, трахириолиты, трахидациты) породах Бобруйской кольцевой структуры (Республика Беларусь), их метасоматически преобразованных разностях нами обнаружено порядка 60 самородных и интерметаллических соединений, редчайших сульфидов и оксидов [Солодилова и др., 2012]. Они встречаются в виде: 1) чешуек и зерен самородного железа с Cr, ферхромита и хромферита (+ Mo, V, B); 2) пластинчатых обособлений серебристого цвета - самородные, интерметаллические соединения, сплавы Zn, Pb с Cu, Ag; 3) проволочковидных выделений красноватых цветов Cu с Pb, Zn, Sn. Их размер составляет 5-50 мкм, что позволяет относить их к наноминералам.

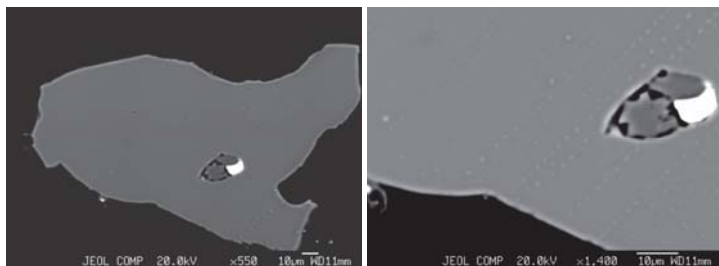


Рис. 1. Изображения зерна муассанита (x550) и сложного включения в нем (x1400), полученные на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе JXA8200 (JEOL Ltd, Япония) в обратно рассеянных электронах.

В парагенезисах с самородными и интерметаллическими соединениями в основных и кислых породах встречается муассанит, рентреновский спектр которого приведен на рис. 2. То что, это именно муассанит подтверждается и данными рентгеноструктурного анализа. Муассанит является очень редким минералом. В породах его количество крайне незначительно, но он развит практически повсеместно. К тому же в литературе не отмечено его регионального распространения.

Нами изучен муассанит из метасоматически преобразованных трахилипаритов скважины П-1, 1254-1259 м. Здесь муассанит образует зерна раз-

мером до 0,5 мм черного (не прозрачного), реже голубо-зеленого (прозрачного) цветов и имеет сильный алмазный блеск. Исследованное зерно содержит включение, состоящее из железа, очень редких минералов, рентгеновские спектры которых приведены на рис. 2. Содержание азота во включении высокое, что видно на спектре (рис. 2 б) и карте распределения элементов на рисунке 3.

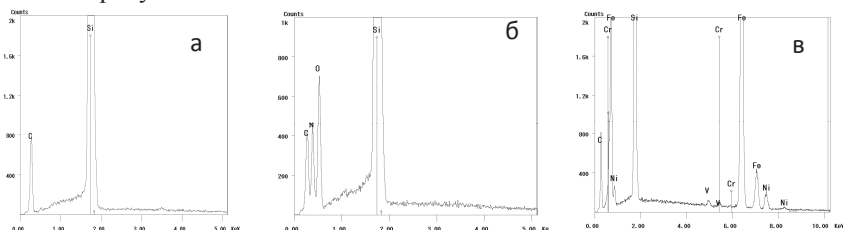


Рис. 2. Рентгеновские спектры от муассanita (а) и включений в нем (б, в), полученные с помощью энергодисперсионного спектрометра EX-84055MU (JEOL Ltd, Япония) на микроанализаторе JXA8200.

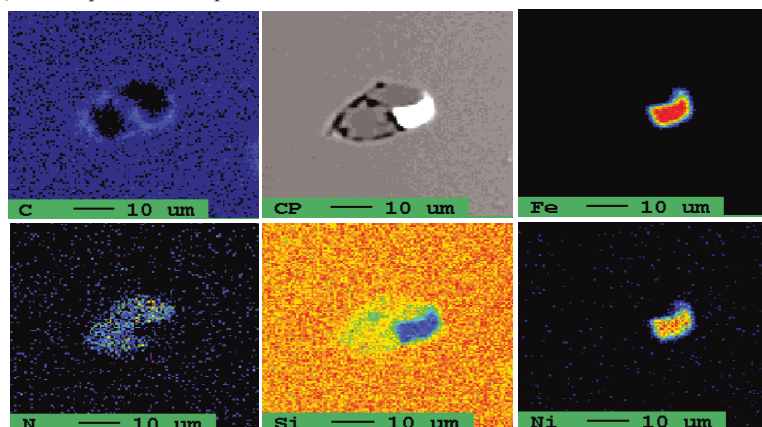


Рис. 3. Распределение элементов в зерне муассanita и включении в нем.

Широкое распространение муассanita, самородных и интерметаллических соединений, в породах разного состава, генезиса, возраста указывают на восстановительный мантийный источник вещества. Это привело к формированию уникальной минерализации Бобруйской кольцевой структуры.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ Бел_a 14-05-90003.

1. В.В. Солодилова, Н.С. Завадич, В.И. Левицкий, Л.А. Павлова. Первые данные о самородных элементах и интерметаллических соединениях в кислых вулканитах Бобруйской кольцевой структуры // Доклады НАН Беларуси. 2012. Т.56, № 2. С.110-115.

Золото-никелевые нанокатализаторы для низкотемпературного окисления водорода

С.Ю. Сарвадий, А.К. Гатин, М.В. Гришин, А.А. Кирсанкин, С.А. Николаев, Б.Р. Шуб

Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4.

Средствами сканирующей туннельной микроскопии и спектроскопии исследовались процессы взаимодействия водорода и кислорода на поверхности нанокластеров золота и никеля.

В работе исследовались наночастицы, приготовленные методом осаждения из раствора смеси золото- и никельсодержащих соединений на поверхности ВУПГ. После прогрева в сверхвысоком вакууме в течение 3 часов при температуре 500К на поверхности ВУПГ образовались 2 типа наночастиц, которые различаются размером и электронным строением. Частицы с характерным размером 5 нм обладают металлической проводимостью: вольт-амперные зависимости туннельного наноконтакта, включающего такую частицу, имеют S-образный вид, характерный для наноконтакта, образованного чистыми металлами. Наночастицы с характерным размером 2-3 нм имеют полупроводниковый тип проводимости, т.е. на вольт-амперных зависимостях имеется участок с нулевой проводимостью – запрещенная зона. Проведенные ранее исследования [1] позволили установить, что образовались наночастицы золота и наночастицы оксида никеля соответственно.

После экспозиции в водороде (300К, 2000 Ленгмюр) количество S-образных спектров значительно сократилось, что свидетельствует об адсорбции водорода на поверхности нанокластеров золота, обнаруженное нами ранее [2].

После экспозиции в кислороде (300К, 2000 Ленгмюр) спектроскопические измерения показали наличие у всех частиц только полупроводниковых спектров. При этом на некоторых спектрах были зафиксированы характерные локальные максимумы – двойные и одинарные - соответствующие квантам электронно-колебательного возбуждения под действием тока туннелирующих электронов молекул воды и гидроксогрупп, что свидетельствует о прохождении реакции окисления водорода на поверхности частиц. После дополнительного прогрева в течение 4 часов при температуре 500К количество спектров с такими характерными максимумами значительно выросло.

Стоит отметить, что в аналогичных экспериментах с монометаллическими покрытиями, состоящими из наночастиц золота или оксида никеля, по-

добных результатов не наблюдалось. На наночастицах оксида никеля фиксировалось образование воды после их экспозиции в водороде, но в значительно меньшем количестве. В случае золотых наночастиц появление молекул воды было зафиксировано только в результате последовательной экспозиции образца в (1) водороде, (2) кислороде и (3) повторно в водороде.

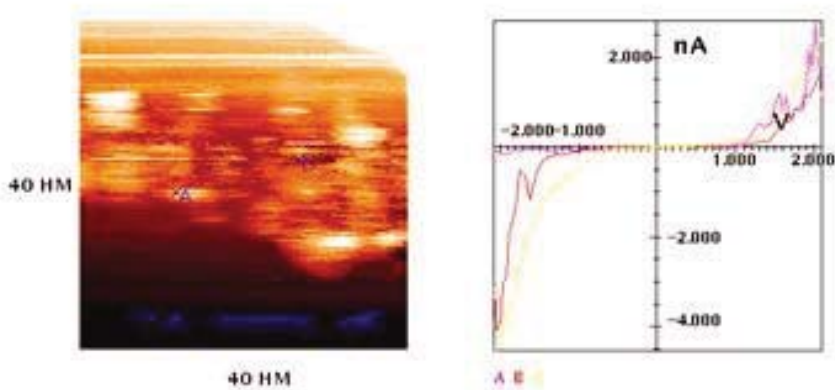


Рис. 1. Топографическое изображение наночастиц золота и никеля на поверхности ВУПГ и усредненные спектры в соответствующих точках.

1. А.К. Гатин, М.В. Гришин, А.А. Кирсанкин, В.А. Харитонов, Б.Р. Шуб. Российские нанотехнологии. 2013. Т. 8. № 1-2. С. 39-45.
2. А.К. Гатин, М.В. Гришин, С.А. Гуревич, Н.В. Дохликова, А.А. Кирсанкин, В.М. Кожевин, Н.Н. Колченко, Т.Н. Ростовщикова, В.А. Харитонов, Б.Р. Шуб, Д.А. Явсин. Известия Академии наук. Серия химическая. 2014. № 8. С. 1696.

Исследование микроструктуры пленок «хитозан - лекарственные средства»

М.А. Севостьянов, А.Ю. Федотов, Е.О. Насакина, А.Ю. Тетерина,
А.С. Баикин, К.В. Сергиенко, А.В. Леонов, Ю.О. Леонова, А.Г. Колмаков

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Россия, г. Москва, 119991, Ленинский пр-т., 49

Разработка систем контролируемой доставки лекарственных препаратов на основе биodeградируемых полимерных матриц является одним из наиболее перспективных и быстро развивающихся направлений химической технологии.

В данной работе проведены исследования микроструктуры хитозановых покрытий на основе глутаминовой и фосфорной кислот с введенными в них лекарственными средствами (Линкомицином, Гентамицином, Цефотаксимом) в разных концентрациях.

Микроструктура пленок меняется в зависимости от концентрации введенного в них лекарственного препарата (линкомицина). Так, при концентрациях линкомицина 0,9 % и 1,8 % в пленках на основе глутаминовой и фосфорной кислот структура не равномерна, поверхностный слой рыхлый, с видимыми дефектами. При концентрации линкомицина 7 % (рисунок 1), в случае пленок на основе глутаминовой кислоты, структура пленок становится слоистой. Самую плотную, равномерную структуру, имеют хитозановые пленки на основе глутаминовой и фосфорной кислот с введением линкомицина с концентрацией 3,6 %. Покрытия на основе фосфорной кислоты с введением антибиотика 7 % так же имеют плотную, однородную, не слоистую структуру.

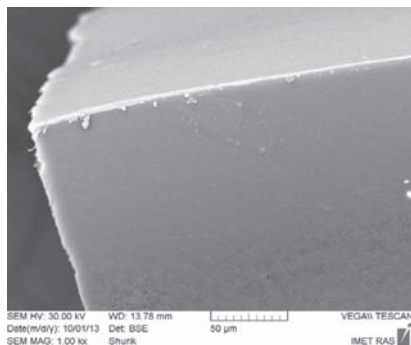


Рис. 1. Хитозан на основе глутаминовой кислоты с линкомицином.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ «14-29-10208-офи_м».

Изучение карбонатно-органических полимеров в породах коллекторах нефти и газа методами электронной микроскопии

Н.А. Скибицкая, В.А. Кузьмин

Институт проблем нефти и газа РАН (ИПНГ РАН), г. Москва, ул. Губкина 3

Электронно-микроскопические методы изучения различных форм органического вещества в породах-коллекторах нефти и газа позволили доказать карбонатно-органическую полимерную природу и наличие органической составляющей в первичных кристаллах карбонатных пород нефтегазоматеринских карбонатных отложений, не прошедших деструктивную стадию преобразования – микритизацию своих первичных карбонатно-органических породообразующих полимерных (КОП) морфоструктурных форм [1.2]. Исследования в РЭМ показали, что КОП не является устойчивой структурной фазой за счет наличия в ее составе неравновесной органической составляющей, преобразующейся во времени и под влиянием внешних условий (давление, температура и др.). Наличие органической составляющей в составе первичных КОП подтверждается разложением первичных кристаллов КОП под действием пучка электронов в процессе наблюдения в РЭМ в стандартном режиме (вторичные электроны).

Механизм перекристаллизации морфологически был изучен нами в РЭМ. Было прослежено, что в процессе химической деструкции керогеноподобного полимера и последовательного преобразования его до асфальтенов – смол – масел – жидких углеводородов нефтяного ряда происходит слияние микритовых разностей во все более крупные вторичные кристаллические формы и формирование вместо заполненных керогеноподобным полимером субкапиллярных пор все более крупных поровых объемов, заполненных все более легкой нефтью. То есть процесс катагенетического преобразования, химической деструкции керогеноподобного полимера до жидких нефтяных углеводородов в карбонатных нефтегазоматеринских породах взаимосвязан с катагенетическим процессом перекристаллизации (рис.1,2).

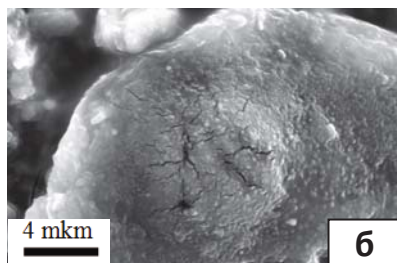
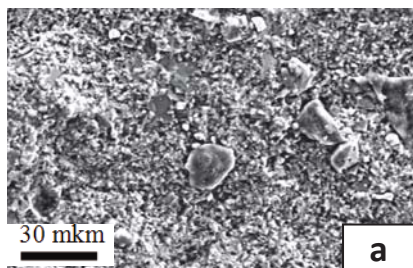


Рис.1а,б. Деструкция (микритизация) первичных форм КОП (а). Коллоидный сгусток керогеноподобного ОВ в микритизированной матрице в РЭМ (б). Трещины усыхания, деструкция керогеноподобного ОВ под пучком электронов (20 kV).

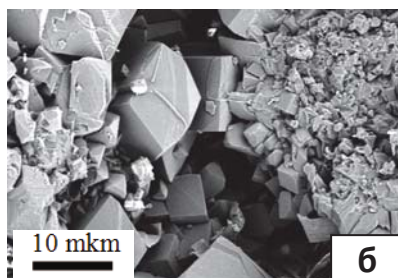
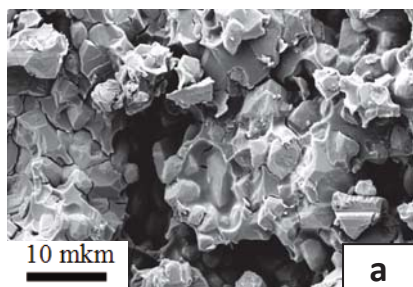


Рис.2а,б. Взаимосвязанные катагенетические процессы преобразования до нефтяных углеводородов керогеноподобного полимера (процесс нефтегенерации), слияния микритовых разностей во все более крупные вторичные кристаллические формы и укрупнения поровых объемов (процесс перекристаллизации), последовательно заполняющихся все более легкой нефтью.

1. Скибицкая Н.А., Яковлева О.П., Кузьмин В.А. и др. //Фундаментальный базис новых технологий нефтяной и газовой промышленности. Сб. статей. Выпуск 2. М.: ГЕОС, 2002. С. 143.
2. Дмитриевский А.Н., Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А.и др. // Сб. “Фундаментальные проблемы геологии и геохимии нефти и газа и развития нефтегазового комплекса России”. М.: ИПНГ РАН, 2007. С. 360.

Микроструктура современных илов Белого моря

В.Н. Соколов¹, Д.Ю. Здобин², М.С. Чернов¹, Д.И. Юрковец¹, О.В. Разгулина¹

¹ МГУ имени М.В.Ломоносова, Геологический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, Россия

² Санкт-Петербургский государственный университет,
199034, г. Санкт-Петербург, Университетская наб. 7-9, Россия

Изучение микростроения глинистых илов на начальной стадии седиментогенеза чрезвычайно важно для современной литологии, грунтоведения и ряда других наук, так как полученные результаты позволяют прогнозировать возможную трансформацию микроструктуры при последующем литогенезе породы и строить физико-химическую модель формирования свойств таких пород.

Исследования проводились на илах Белого моря, отобранных в интервалах глубин 0 - 40 см от поверхности осадка. Для предотвращения микроструктуры осадков от дегидратации и возможного разрушения, после отбора образец сразу же замораживался в жидком азоте и хранился в таком состоянии до его транспортировки в лабораторию, где он высушивался методом вакуумной морозной сушки.

Микроструктурные исследования проводились с помощью РЭМ LEO 1450VP (Германия), полученного в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова. Для количественного анализа микроструктуры илов по РЭМ-изображениям использовался пакет прикладных программ "STIMAN-3D", разработанный авторами [1].

Полученные результаты показали, что илы представляли собой кремнистые осадки, сложенные хаотически расположенными в пространстве обломками кремнистых скелетиков диатомовых водорослей и радиолярий разной степени сохранности. На рис. 1а, б показана микроструктура илов Белого моря, отобранных на глубинах 0-0.3 и 49-50 см соответственно. Было установлено, что в исследуемом интервале глубин илы имеют типичную ячеистую коагуляционную микроструктуру [2].

Количественный анализ микроструктуры выполненный по РЭМ-изображениям, показал, что даже в пределах чрезвычайно малого интервала глубин 0.3 – 50 см от дна моря, при незначительном уплотнении свежесаживаемых илов Белого моря начинаются активные процессы седиментогенеза, приводящие к изменению структуры порового пространства органиноминерального кремнивого осадка. Происходит уменьшение общей пористости и максимального размера микропор, возрастает вклад мелких межмикроагрегатных микропор за счет сокращения содержания крупных

межмикроагрегатных микропор. Также намечается тенденция к медленно-му возрастанию степени ориентации структурных элементов.

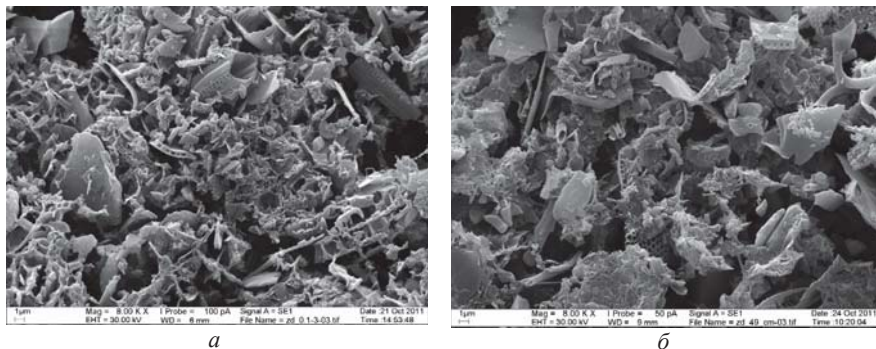


Рис.1. Ячеистая коагуляционная микроструктура ила Белого моря: а - интервал отбора 0.1-0.3 см; б - интервал отбора 49-50 см

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00708 А, № 13-05-01137 А.

1. Соколов В.Н., Юрковец Д.И., Разгулина О.В. // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008, № 4. С. 1-6.
2. Осипов В.И., Соколов В.Н. Глины и их свойства. Состав, строение и формирование свойств. М.: ГЕОС. 2013. 576 с.

Микроморфологические особенности органического вещества в глинистых грунтах

В.Н. Соколов¹, В.И. Осипов²

¹ МГУ имени М.В.Ломоносова, Геологический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, Россия

² Институт геоэкологии им. Е.М.Сергеева РАН,
101000, г. Москва, Уланский пер. д. 13, стр. 2, Россия

Органическое вещество (ОВ) играет важную роль в процессе структурообразования и формировании свойств глинистых грунтов. Одной из форм нахождения слаборазложившегося органического вещества в молодых глинистых осадках является детрит, сохранивший структуру элементов растительности [1].

На рис. 1 показана микроструктура озерного ила. В осадке хорошо виден растительный детрит, включающий полуразложившиеся фрагменты стеблей листьев озерной флоры, органическую клетчатку.

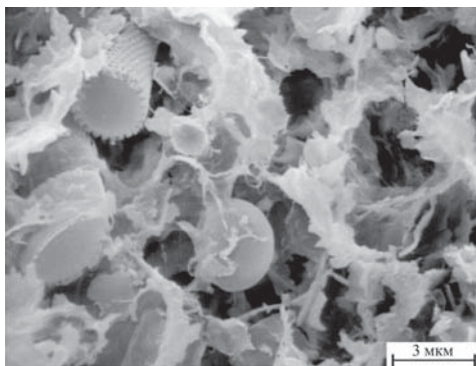


Рис. 1. Микроструктура озерного ила оз. Вожже.

Большинство растительных остатков, попадающих в грунты, быстро разлагается. Одним из продуктов разложения органического вещества являются гуминовые кислоты, повсеместно встречающиеся в молодых глинистых грунтах озерного, болотного, лагунного и т.д. происхождения. Микроморфологические исследования в РЭМ гуминовых соединений, экстрагированных из современных озерных отложений, показали, что гуминовые кислоты часто образуют высокопористые глобулярные агрегаты размером ~ 40 – 80 нм [2]. Такие глобулы могут формироваться за счет сворачивания

Гуминовые кислоты и их растворимые гуматы, активно адсорбируются на базальной поверхности и сколах частиц глинистых минералов с образованием органо-минеральных комплексов. Это гидрофиллизует поверхность минералов, нейтрализует положительные заряды на сколах, формирующихся в кислых условиях, и повышает стабилизацию глинистых частиц. В результате создаются благоприятные условия для взаимного перемещения частиц и самопроизвольного уплотнения глинистого осадка. На рис. 2, а показана поверхность микроагрегатов монтмориллонитовых частиц, покрытая мелкобугорчатой пленкой, состоящей из глобулярных агрегатов гуминовых кислот и гуматов.

Присутствие в глинистых грунтах гидрофобных битумоидных соединений и липидов приводит к формированию на поверхности глинистых частиц и их микроагрегатов гидрофобных пленок (рис. 2, б), которые могут способствовать снижению стабилизации этих частиц и формированию коагуляционных структур.

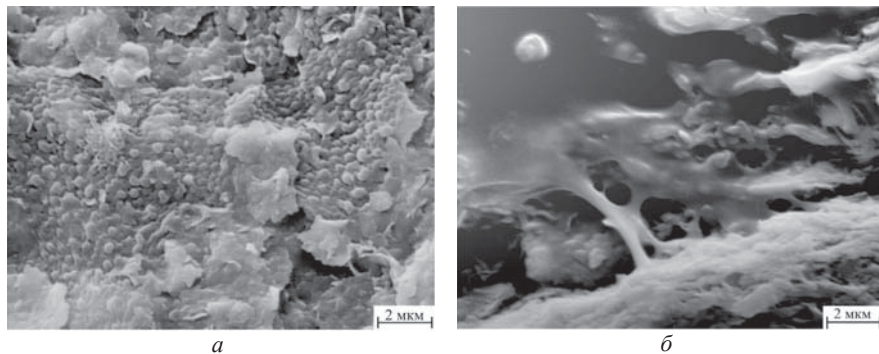


Рис. 2. Пленки органического вещества на поверхности микроагрегатов глинистых частиц: а – гидрофильное ОВ; б – гидрофобное ОВ

В качестве аппаратной базы авторами использовался РЭМ LEO 1450VP (Германия) полученный в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00708 А, № 13-05-01137 А.

1. *Осипов В.И., Соколов В.Н., Ангелов К.А., Шлыков В.Г.* Вопросы инженерной геологии и грунтоведения. Вып. 5. М., Изд-во МГУ, 1982. С. 69-88.
2. *Осипов В.И., Соколов В.Н.* Глины и их свойства. Состав, строение и формирование свойств. М.: ГЕОС. 2013. 576 с.

Исследование поверхности магнетитов из осадков озер Северо-Востока России

Т. В. Субботникова, П. С. Минюк

*Северо-Восточный комплексный научно-исследовательский институт ДВО РАН,
685021, г. Магадан, ул. Портовая, 16, Россия*

Географическое положение и возраст озер Эльгыгытгын, Пернатое, Гытгыкай, Гранд, Энгтери, Алут делают их уникальными объектами для изучения палеоклимата. Некоторые сульфиды железа, такие как пирит, марказит, грейгит широко распространены в осадочных отложениях различного генезиса, в том числе и озерных. Практически каждая из найденных в осадках магнитная частица несет в своем составе уникальную информацию о тех условиях, в которых она побывала за многие миллионы лет своей жизни.

Часть магнитного экстракта, полученного из донных отложений озер была «насыпана» на углеродный скотч. Часть замонтирована в «шашки» эпоксидной смолы со встроенными извлеченными частицами. Для получения изображения в SEM, объекты были напылены проводящим материалом - углеродом.

Образцы исследовались методом РСМА на приборе QemScan (Intellection, Австралия) системой рентгеновского микроанализа Quantax Esprit (Bruker, Германия). Анализы выполнены при ускоряющем напряжении 25 кВ с током пучка 120 пА, размер излучающей области – 4 мкм.

Количественный элементный состав отдельных зерен минералов определен на микроанализаторе Camebax. Анализ выполнен на следующие элементы: Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Fe, Mn до и после нагревов. Предел обнаружения составлял: для Na – 1%, для Al, Si – 0.8%, для остальных элементов – 0.5%.

Выявленные магнитные минералы можно разделить на несколько групп: оксиды железа, сульфиды железа, хромиты, фосфаты железа и самородное железо. Оксиды железа представлены обломками кристаллов титаномагнетита, ильменита и шариками магнетита. Сульфиды железа можно разделить на немагнитный пирит, представленный фрамбоидами, и грейгит. В некоторых случаях не стоит исключать антропогенное или промышленное происхождение магнетитовых шариков.

Также были идентифицированы обломочные силикатные минералы, органический материал, остатки пыльцевых зерен, водорослей и простейших.

Вивианит является типичным аутигенным минералом в осадках озера Эльгыгытгын. Образование вивианита контролируется окислительно-восстановительными условиями, скоростями осадконакопления, наличием

растворимых элементов, таких как Fe, S, P, Ca, Mn, Mg. На воздухе вивианит окисляется до метавивианита (керченита) или сантабарбарита. В колонках озера вивианит приурочен преимущественно к осадкам холодных климатических стадий, сформировавшихся в восстановительных средах при ограниченном доступе кислорода.

Часть зерен титаномагнетита характеризуется поверхностными трещинами. В некоторых случаях, эти трещины появляются там, где начался процесс маггемитизации, то есть низкотемпературного окисления.

Некоторые органические остатки содержат небольшие яркие пятна в обратно-рассеянных электронах, которые являются сульфидами железа, возможно грейгитом.

Таким образом, детальный анализ магнитных экстрактов с использованием SEM изображений и данных EDS и WDS анализов может дать ценную информацию о идентичности магнитных минералов, их сохранности и отчасти их генезиса.

1. П.С. Минюк, Т.В. Субботникова, А.А. Пляшкевич. Измерения терромагнитной восприимчивости гематита и гетита // Физика Земли, 2011, №9. Стр.18-31
2. П.С. Минюк, Н.А. Горячев, Т.В.Субботникова. Магнитные и терромагнитные свойства вивианитовых конкреций из осадков озера Эльгыгьтгын // Докл. РАН. 2012. Т. 447. № 1. С. 1-3. ISSN 1028-334X
3. П.С. Минюк, Т.В. Субботникова, П.М. Андерсон, А.В. Ложкин. Петромагнитные свойства осадков озера Пернатое (остров Парамушир, Курильская гряда) как показатели изменений условий осадконакоплений // Физика Земли. 2013. № 1. С. 1–10.
4. P.S. Minyuk, E.E. Tyukova, T.V. Subbotnikova, A.Yu. Kazansky, A.P. Fedotov. Thermal magnetic susceptibility data on natural iron sulfides of northeastern Russia // Russian Geology and Geophysics. 2013. Vol. 54. P. 423–433

Исследование поведения элементов в зонах деформаций палласитов Омолон и Сеймчан

Т. В. Субботникова, О. Т. Соцкая, А. А. Пляшкевич

*Северо-Восточный комплексный научно-исследовательский институт ДВО РАН,
685021, г. Магадан, ул. Портовая, 16, Россия*

Результаты настоящего исследования представляют собой опыт изучения состава минералов в пограничных зонах плесситового поля металлической части палласитов Омолон и Сеймчан, для выявления количественного соотношения Fe и Ni.

Палласит Омолон – падение 16 мая 1981 г. По результатам изучения первых фрагментов метеорита [1] было установлено, что по составу минералов относится к палласитам главной группы (PMG) и является ударным и нагретым. Палласит Сеймчан – находка 1967 г. Относится к редкому типу с весьма неоднородным распределением силикатов. По результатам первых исследований был определен как среднеструктурный октаэдрит группы (ШЕ-Ом). Позднее отнесен к палласитам главной группы (PMG). В нем выявлены свидетельства ударных и термических событий [2].

Химический анализ метеоритов выполнен в СВКНИИ ДВО РАН (г. Магадан) на приборе QEMSCAN с использованием системы рентгеновского микроанализа Quantax. Применялся прямой сравнительный анализ с использованием библиотек эталонных спектров, основой которого является метод учёта матричной коррекции Phi-Rho-Z [3]. В качестве стандартных образцов для сравнения применяли чистые Fe и Ni, для фосфора – GaP. В результате исследования был проведён сравнительный анализ составов на границах фаз камасит-тэнит и камасит-шрейберзит.

Состав камасита, окружающего плесситовое поле, колеблется по Fe от 90,03 до 92,55 мас.%, по Ni от 4,81 до 6,47 мас.% в метеорите Омолон, а в метеорите Сеймчан содержание Fe составляет от 89,94 до 94,91 мас.% и Ni от 3,32 до 6,63 мас.%. Гранулированный камасит по составу идентичен крупным зёрнам камасита.

Форма выделения тэнита в плесситовых полях метеоритов – узкие полосы с зональными каймами (рис. 1). Тэнит метеорита Омолон содержит Fe в количестве 62,40 - 79,92 мас.% и Ni - 17,39 - 35,14 мас.%; в метеорите Сеймчан Fe составляет 60,72 - 79,25 мас.% и Ni - 18,77 - 37,55 мас.%.

Плесситовое поле представляет собой срастание тончайших выделений камасита и тэнита (см. рис. 1).

Шрейберзит образует вытянутые зёрна в камасите. Химический состав минерала (мас.%: Омолон – Fe 36,86-37,81; Ni 44,57-46,38; P 13,58-15,12; Сеймчан – Fe 36,45-37,97; Ni 44,46-46,59; P 14,99-15,34) характеризуется

высоким содержанием Ni. Результаты химического анализа минералов хорошо согласуются с полученными ранее данными [4].

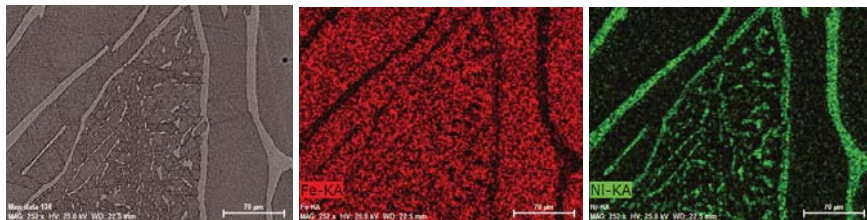


Рис. 1. Узкие полосы тэнита в камасите; в центре – плесситовое поле (метеорит Сеймчан). Характеристическое излучение в лучах Fe и Ni.

Профиль концентрации Ni показывает нарастание концентраций элемента в направлении к границам раздела фаз. Кривая распределения Ni имеет характерную М-образную форму (рис. 2), что хорошо согласуется с данными, опубликованными ранее [5, 6].

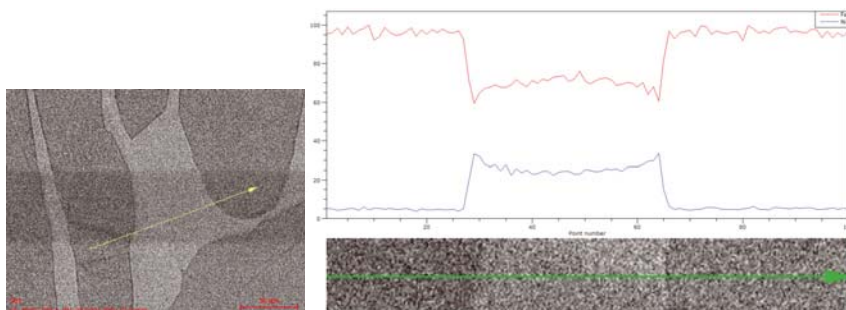


Рис. 2. Распределение никеля в камасите и тэните из метеорита Сеймчан.

1. А. А. Пляшкевич, Н. Е. Савва, Г. Ф. Павлов Омолон – первый палласит Северо-Востока СССР // ДАН СССР, 1991. Т. 318. № 1. С. 197-202.
2. Д. М. Печерский, А. А. Пляшкевич, В. А. Цельмович Метеорит Сеймчан: история находок, структуры, минералы, магнетизм // Чтения памяти акад. К. В. Симакова: Материалы докладов Всероссийской научной конференции (Магадан, 26-28 ноября 2013 г.); [отв. ред. И. А. Черешнев]; - Магадан: СВНЦ ДВО РАН, 2013. С.61-63
3. Quantax User Manual. Bruker-AXS Microanalysis GmbH, Berlin, Germany, 2006. 230 p.
4. Т. В. Субботникова, О. Т. Соцкая, А. А. Пляшкевич Вариации состава минералов метеорита Омолон // Современные проблемы геологии, геохимии и геоэкологии Дальнего Востока России. ДВГИ ДВО РАН, 2010, с. 119-121.
5. С. Рид Электронно-зондовый микроанализ, Мир, 1979, с. 365-370.
6. Л. В. Агафонов, В. А. Попов, Г. Н. Аношин, Л. Н. Поспелова, В. И. Забелин, В. И. Кудрявцев Минеральный состав, структура и распределение ЭПГ и РЗЭ в железном метеорите Чедер (Тува)//Геология и геофизика, 2011, т.52, №6, с.794-806.

Эволюция морфологии и состава поверхностных оксидных фаз в гетеросегрегационных процессах: ВРЭМ, РСМА, ИКС, ОЦМ, АСМ

Ю.Я. Томашпольский, В.М. Матюк, Н.В. Садовская, С.Г. Лакеев,
П.С. Воронцов

Государственный научный центр Российской Федерации научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова, г. Москва, Воронцово поле, 10

Методами высокоразрешающей растровой электронной микроскопии (ВРЭМ), рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), инфракрасной спектроскопии (ИКС), оптической цифровой микроскопии (ОЦМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) исследована поверхностная термостимулированная гетеросегрегация с участием кислорода в кристаллах хлорида натрия, арсенида галлия, титаната свинца, титаната и феррита висмута, германата свинца. Установлено, что на поверхности хлорида натрия формируются хлорит натрия NaClO_2 и гидрокарбонат натрия NaHCO_3 , на поверхности арсенида галлия – оксид галлия Ga_2O_3 , на поверхности титаната свинца – диоксид титана TiO_2 и оксид свинца PbO , на поверхности титаната и феррита висмута – оксид висмута Bi_2O_3 и сложные оксиды висмута и железа $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$, $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, на поверхности германата свинца – сложный оксид германия и свинца Pb_3GeO_5 и оксид свинца PbO , при этом состав поверхностной фазы сложных оксидов отличен от матричного.

Измерения состава и визуализация морфологии поверхности в функции температуры, длительности и атмосферы отжига позволили предложить механизмы формирования поверхностных кислород-содержащих фаз с участием как собственного кислорода, так и кислорода внешней среды. Эти механизмы включают диффузию собственных компонентов к поверхности, их миграцию, возгонку, адсорбцию инородных частиц и поверхностные реакции. На атомном уровне атомы сегреганта реагируют с решеточным или внешним кислородом, последовательно образуя скопления, зародыши, островки, нанокристаллиты кислород – содержащих фаз (**рис.1**). Морфология и состав этих фаз зависят, в частности, от характера химических связей матричных кристаллов. Кристаллы с преимущественно ионными связями (хлорид натрия) менее склонны к сегрегации и образованию поверхностных фаз, в кристаллах с ковалентными связями (арсенид галлия) сегрегационные явления и степень покрытия значительно выражены, в кристаллах с промежуточным характером связи (сложные оксиды) степень сегрегации имеет также промежуточный характер.

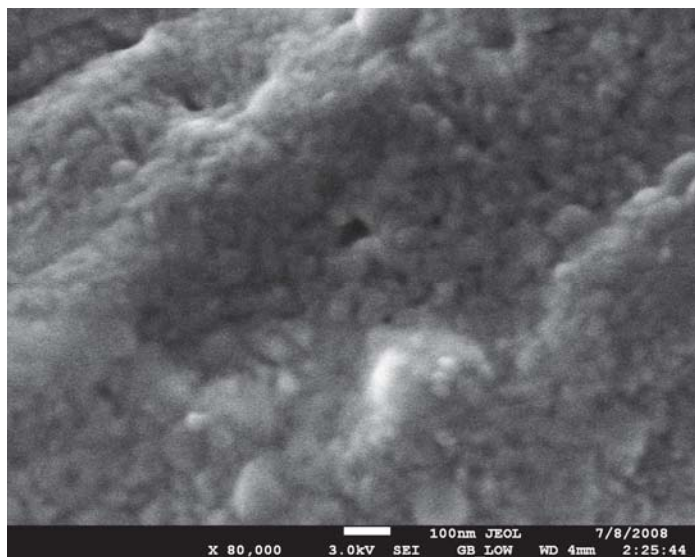


Рис.1. Фаза Pb_3GeO_5 на поверхности монокристалла $\text{Pb}_5\text{Ge}_3\text{O}_{11}$, образованная в результате гетеросегрегации (линейный масштаб 100 нм)

Работа поддержана РФФИ, грант 14-03-00126.

Зависимость структуры силоксануретановых эластомеров от способа синтеза

Л.В. Филимонова¹, Л.И. Макарова¹, И.О. Волков¹, О.В. Сеницына¹,
А.А. Бурмистров¹, А.Г. Филатова², М.И. Бузин¹, В.Г. Васильев¹, Б.Г. Завин¹,
И.В. Яминский¹, Г.Г. Никифорова¹, Е.М. Белавцева¹

¹ ФГБУН Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН,
119991, г. Москва, ул. Вавилова, 28, Россия

² ФГБУН Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН,
119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Россия

Полиуретановые эластомеры находят применение во многих отраслях промышленности благодаря уникальному сочетанию высоких эксплуатационных характеристик, таких как твердость, эластичность, механическая прочность и износостойкость. Однако наличие уретановых группировок в полимерной цепи сказывается на их невысокой термо- и светостойкости. Введение силоксановых звеньев в полимерную цепь полиуретана должно повышать термо- и светостойкость сополимеров. В настоящей работе синтез таких полиблочных сополимеров основан на взаимодействии гидроксилсодержащих органических и органосилоксановых олигомеров с диизоцианатами.

Микрофазовое разделение, характерное для сополимеров на основе термодинамически несовместимых классов полимеров, каковыми являются полисилоксаны и полиуретаны, оказывает существенное влияние на их структуру и свойства.

В задачу представленной работы входило исследование зависимости структуры и свойств получаемых сополимеров от присутствия катализатора, природы растворителя и соотношения компонентов в процессе синтеза.

Сополимеры (**I** – **IV**) получали взаимодействием олигомерного кремнийорганического диола, олигобутиленоксида и олигопропиленоксида с 2,4-толуилендиизоцианатом. В качестве растворителей использовали бутилацетат (**I** – **III**) или хлороформ (**IV**). Синтез проводили с катализатором (**I**, **IV**) – диэтилдикаприлатом олова и без него (**II**, **III**). Удлинителями полимерной цепи служили дисилоксандиол (сополимеры **I** и **II**) или 1,4 – бутандиол (сополимеры **III**, **IV**). Основные характеристики исследованных сополимеров приведены в таблице.

Исследование морфологии поверхности образцов проводили методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме на воздухе при комнатной температуре. Сканирование проводилось на сканирующем зондовом микроскопе "ФемтоСкан", Россия. Использовались кантилеверы

производства MikroMasch со средней резонансной частотой 325 кГц и радиусом скругления острия около 10 нм.

При исследовании образцов методом СЭМ использовали сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения «Tescan Mira LMU» (Чехия).

Табл. 1. Основные характеристики исследованных сополимеров.

Шифр	Удлинитель цепи	T _c , °C	ε, %	σ, МПа	Катализатор	Растворитель
I	дисилоксан	-33	110	0.88	с катализатором	бутилацетат
II	дисилоксан	-25	1190	4,10	без катализатора	бутилацетат
III	1,4-бутандиол	-50	1060	21	без катализатора	бутилацетат
IV	1,4-бутандиол	-51	540	17.5	с катализатором	хлороформ

Было обнаружено, что поверхность пленки сополимера **I**, полученного с использованием катализатора, характеризуется высокой шероховатостью: высота элементов рельефа достигает 2 мкм. Сополимеры, синтезированные без катализатора, образовали гладкие пленки со среднеквадратичной шероховатостью около 2 нм и 1 нм для образцов **II** и **III** соответственно. Поверхность сополимера **II** состоит из агломератов глобул со средней высотой 3 нм и средним диаметром 240 нм. Для образца **III** обнаружены регулярные поры со средней глубиной 1.3 нм и средним диаметром 55 нм. Их образование может быть объяснено микрофазовым разделением в пленке сополимера с различной жесткостью блоков. В результате зонд микроскопа сильнее деформирует мягкие блоки, и на изображениях появляются поры.

Результаты, полученные методом АСМ, показали, что для всех образцов структурной единицей является глобула или, как в некоторых работах называют, "наносфера" [1 – 3].

Методом СЭМ также показано наличие агломератов глобулярных частиц при исследовании сополимера **I**.

Установлена взаимосвязь между способом синтеза сополимеров, их структурой и физико-механическими свойствами.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, коды проектов 15-03-01025-а и 15-03-04366-а.

1. *W.-M. Wan, C.Y. Pan. Macromolecules*, 2007, 40, 15, 5497
2. *B. Tran, D. Kaner. Advanced Materials*, 2009, 21, 14 – 15, 1487
3. *R. Hernandez, Y. Weksler, A. Padsalgikas, J. Run. Macromolecules*, 2007, 40, 15, 5441.

Наноструктурные исследования природных минеральных систем

М.С. Чернов, В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Д.И.Юрковец

*МГУ имени М.В.Ломоносова, Геологический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, Россия*

Наноматериалы широко встречаются в природе. Глинистые породы, содержащие наночастицы глинистых и неглинистых минералов, оксидов железа, органического вещества с размерами меньше 100 нм, являются типичным представителем природных наноматериалов со своими наноструктурами [1].

Исследования проводили на глинистых породах гидротермального генезиса. Минеральный состав изучали методом количественного рентгенофазового анализа и инфракрасной спектроскопии. Наноструктурные исследования выполняли с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) и программы количественного морфологического анализа “STIMAN” [2]. Влажные пластичные образцы глинистых пород для изучения в РЭМ готовили по методу вакуумной морозной сушки [2]. Для устранения возможности внесения артефактов при наноморфологических исследованиях использовали низковакуумный режим работы РЭМ, позволяющий с высоким разрешением исследовать ненапыленные образцы.

На рис. 1 показаны наноструктуры гидротермальной глины сложенной пластинчатыми наночастицами каолинита, толщиной 40-100 нм и длиной 0,5-1,5 мкм. В природном грунте (рис. 1 а) наночастицы образуют плотные микроагрегаты, размером 5-10 мкм. В осадке из суспензии частиц < 0,1 мкм (рис. 1 б) наночастицы формируют ячеистую наноструктуру с диаметром ячеек 0,5-1 мкм.

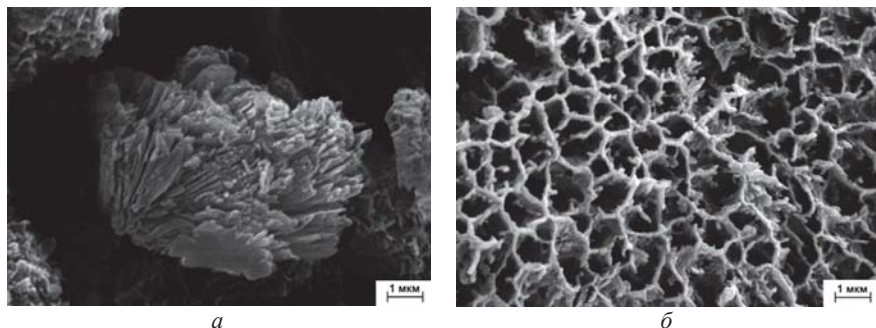


Рис. 1. Наноструктуры сложенные наночастицами каолинита: а – природного грунта, б – осадка из суспензии частиц < 0,1 мкм.

На рис. 2 показаны наноструктуры гидротермальной глины сложной наночастицами листообразной формы смешанослойных образований типа каолинит-сметит (70:30), толщиной 20-40 нм и длиной до 1 мкм. В природном грунте (рис. 2 а) такие наночастицы образуют мелкоячеистую наноструктуру, в которой стенки ячеек сложены наночастицами и их ультрамикрoагрегатами. Наночастицы осадка из суспензии частиц < 0,1 мкм (рис. 2 б) формируют облакообразные микроагрегаты длиной до $n \cdot 1$ мкм, состоящие ячеистую наноструктуру с диаметром ячеек 1-5 мкм.

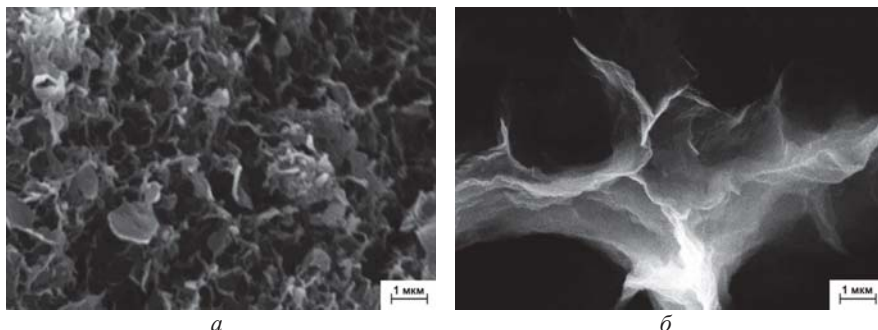


Рис. 2. Наноструктуры сложенные частицами смешанослойных образований типа каолинит-сметит (70:30): а – природного грунта, б – осадка из суспензии частиц < 0,1 мкм.

В качестве аппаратной базы авторами использовался РЭМ LEO 1450VP (Германия) полученный в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00708 А, № 13-05-01137 А.

1. **Наноминералогия. Ультра- и микродисперсное состояние минерального вещества** / Под ред. Н.П.Юшкина, А.М. Асхабова. СПб.: Наука, 2005. 581 с.
2. *Соколов В.Н., Юрковец Д.И., Разгулина О.В.* // Геоэкология. Инж. геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008. № 4. С. 1–6.

Комбинирование методов рентгеновской микротомографии и электронной микроскопии для создания трехмерных карт микропористости образцов горных пород

Б.Д. Шарчилов², И.А. Варфоломеев^{1, 2}, И.В. Якимчук²

¹ *Московский физико-технический институт, 141707, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер, 9, Россия*

² *ООО Технологическая компания Шлюмберже, Московский научно-исследовательский центр, г. Москва, 119285, г. Москва, ул. Пудовкина, д. 13, Россия*

Одной из проблем получения и анализа детализированных изображений горных пород является разрешение присутствующих на них мелких деталей. Даже мельчайшие структурные особенности могут оказывать влияние на изучаемые петрофизические свойства породы. К примеру, присутствующие в породе частицы глины размером менее 100 нм оказывают существенное влияние на такие важнейшие параметры породы, как ее смачиваемость и проницаемость [1].

Проблема недостаточного разрешения регистрирующего прибора в полной мере проявляется при использовании рентгеновской микротомографии [2] – одного из наиболее распространенных способов построения структурной модели образцов. Так, большинство современных микротомографов имеют пространственное разрешение порядка 1 мкм, что не позволяет различать поры меньшего размера, присутствующие в породе.

Таким образом, возникает необходимость получения изображений более высокого разрешения. Например, метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии (РЭМ, SEM) с разрешением вплоть до 1 нм формирует двумерное изображение поверхности образца. Совместное использование микротомографии и электронной микроскопии принципиально позволяет распространить двумерную карту пустотного пространства высокого разрешения на весь объем образца в виде некоторых эффективных пористостей каждого вокселя томограммы. Данную задачу можно решать различными способами, основанными на зависимости эффективного коэффициента рентгеновского поглощения в вокселе реконструированного томографического изображения и его пустотности. Помимо проблемы определения или задания этой зависимости, нетривиальной является также задача пространственного совмещения двух изображений (двумерного и трёхмерного). Сложность этой процедуры повышают как большие объемы обрабатываемых данных, так и разная физическая природа изображаемых величин.

В докладе будет предложен вычислительно эффективный метод совмещения томографических и микроскопных изображений, а также получения трехмерной карты микропористости из совмещенных изображений.

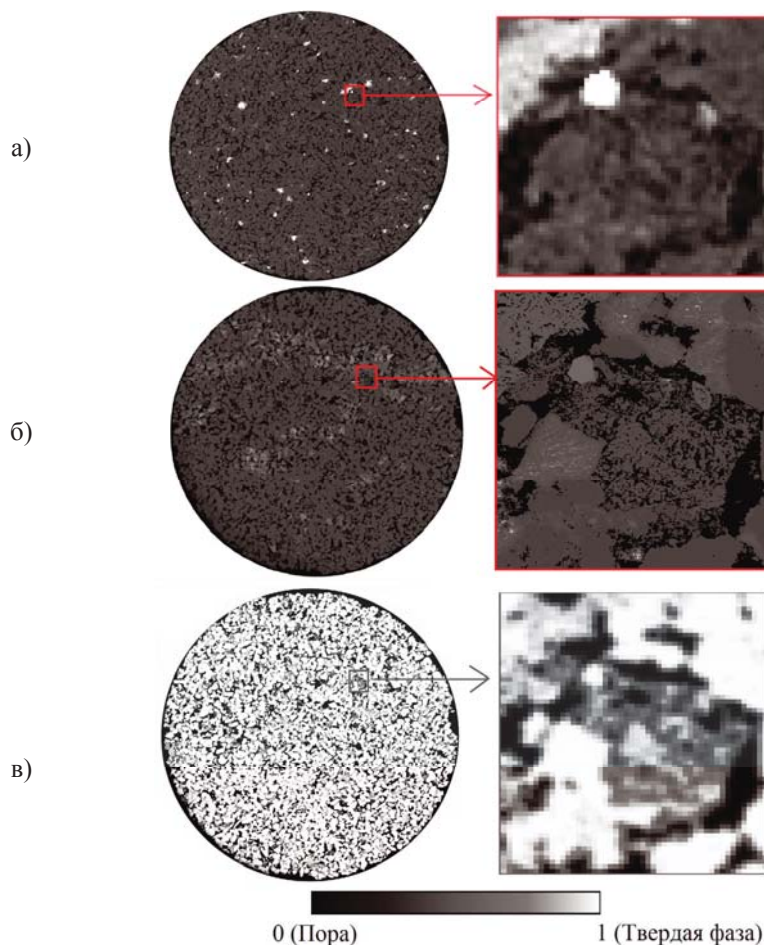


Рис. 1. Изображения двумерных сечений образца песчаника: а) – микротомография, б) – соответствующее РЭМ-изображение, в) – карта микропористости

1. *J. Wang, A. Sharma, M. Gutierrez.* Nanoscale Simulations of Rock and Clay Minerals. *Advances in Measurement and Modeling of Soil Behavior*, 2007, pp. 1-10
2. *A. C. Kak, M. Slaney.* Principles of Computerized Tomographic imaging. Society for Industrial and Applied Mathematics, NY, 2001, 327 p.

VI.

Применение сканирующей электронной, зондовой и конфокальной микроскопии в биологии, медицине и экологии

Морфология и агрегация самоорганизующихся пептидов RADA-16

Д.В. Багров^{1,2}, Ю.С. Газизова¹, В.В. Подгорский¹, И.П. Удовиченко³,
Д.В. Клинов

¹ Научно-исследовательский институт Физико-Химической Медицины, 119435,
г. Москва, Россия

² Московский Государственный Университет, 119991, г. Москва, Россия

³ Филиал Института Биоорганической Химии, 142290, Московская обл., г. Пущино,
Россия

Амилоидоподобные фибриллы - это фибриллы, состоящие из β -слоев и обладающие определенным набором свойств [1]. Они связаны с некоторыми заболеваниями [2], а также, присутствуют в природных волокнах.

Искусственно синтезированный пептид RADA-16 (Ac-RADARADARADARADA-NH₂) состоит из чередующихся заряженных и незаряженных аминокислот и образует биосовместимые и биodeградируемые фибриллы, которые успешно используются в качестве 2D и 3D матриц для выращивания клеток и других биоинженерных задач [3,4]. Несмотря на большое внимание к амилоидоподобным фибриллам и в частности к фибриллам из RADA-16, их строение до сих пор полностью не изучено.

Мы исследовали структуры, образованные RADA-16 в «комфортных» условиях нейтрального pH7 и «экстремальных» условиях низкого pH2 методами АСМ, ЯМР, флуоресцентной спектроскопии и молекулярного моделирования (МД). МД димеров, тетрамеров, октамеров и додекамеров пептида RADA-16 и родственного ему пептида RLDL-16 показало, что наименьшим по размеру устойчивым комплексом в воде для обоих пептидов является тетрамер, представляющий собой участок β -бислоя, в котором все заряженные аминокислоты направлены наружу, а нейтральные внутрь. Высоты полученных с помощью МД β -бислоев равны 1.9 ± 0.1 нм для RADA-16 и 2.3 ± 0.4 нм для RLDL-16. АСМ исследование продуктов самоорганизации пептидов RADA-16 и RLDL-16 показало, что они оба образуют многослойные фибриллы (рис.1a,b), причем высота этих фибрилл «квантуется» с размером «кванта» 1.8 ± 0.2 нм и 2.4 ± 0.2 нм для RADA-16 и RLDL-16 соответственно (рис.1c,d). Полное согласие данных МД и АСМ позволяет нам считать, что элементарной структурной единицей фибрилл RADA-16 является β -бислой. При pH2 RADA-16 не образует фибрилл в растворе, однако на поверхности подложки (слюда) образуются филаменты из моно слоя латерально уложенных друг-к-другу молекул пептида. Высота этих филаментов 1,1 нм – соответствует высоте β -моно слоя, а ширина 5 нм – равна длине одной молекулы пептида. Мы предполагаем, что в очень

кислых условиях в растворе преимущественно существуют β -монослои, а не β -бислои эти выводы подтверждают также данные ЯМР.

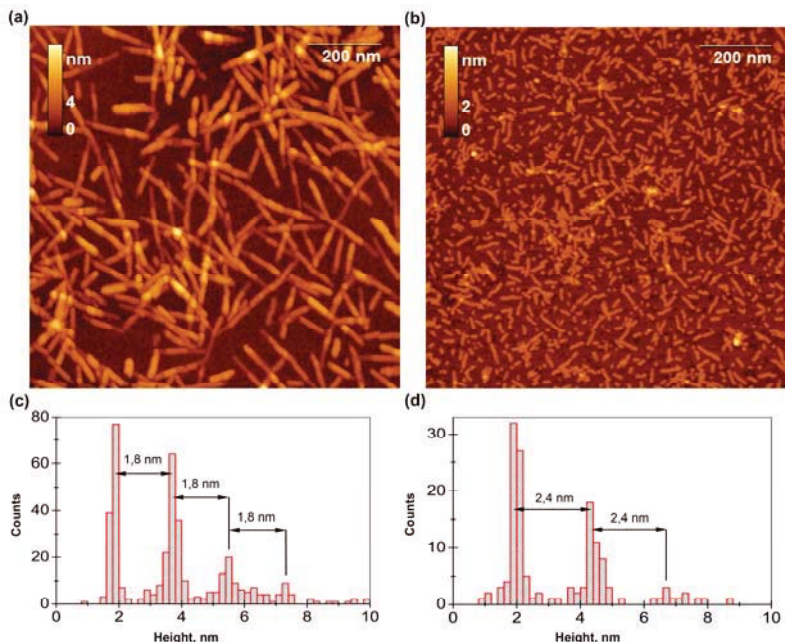


Рис.1. (a) и (b) Изображения ACM (NT-MDT Prima) продуктов самоорганизации пептидов RADA-16 и RLDL-16 соответственно. Подложка слюда, раствор 10М Нерес pH7; (c) и (d) гистограммы высот фибрилл RADA-16 и RLDL-16 соответственно.

Нужно заметить, что наши результаты не противоречат литературным данным по исследуемому объекту [5].

- 1 R.S. Harrison, P.C. Sharpe, Y. Singh, D.P. Fairlie, Rev Physiol Biochem Pharmacol, 2007, 159, 1–77
- 2 Westermark P, 2005, FEBS J 272, 5942–5949
- 3 Genové, Elsa, Shen, Colette, Zhang, Shuguang, Semino, Carlos E, Biomaterials, 2005, 26, 3341–51
- 4 Koutsopoulos, Sotirios, Unsworth, Larry D, Nagai, Yusuke, Zhang, Shuguang, Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2009, 106, 4623–4628
- 5 Ye, Z., Zhang, H., Luo, H., Wang, S., Zhou, Q., DU, X., ... Zhao, X., Journal of Peptide Science : An Official Publication of the European Peptide Society, 2008, 14, 152–162

Сканирующая электронная микроскопия лучевых артерий, используемых в коронарном шунтировании

И.М. Байбеков, У.Б. Ахмедов, И.А. Абдухалимов

Республиканский специализированный центр хирургии им. В. Вахидова, Ташкент, РУз

Использование для коронарного шунтирования лучевой артерии весьма перспективно. Это обусловлено её достаточной длиной и соответствующим диаметром (Вечерский Ю.Ю. и др. 2010; Wilson et all. 2007)

Исследований влияния способов выделения лучевых артерий на морфологию их стенок, особенно интимы, не проводилось. Не изучены особенности трехмерной организации стенок артерий с использованием сканирующей электронной микроскопии – СЭМ.

Для СЭМ ткань фиксировали в 2,5% растворе глутарового альдегида, с дофиксацией четырёхокисью осмия на фосфатном буфере, обезвоживали в спирте-ацетоне и высушивали методом критической точки в аппарат НСП-2. Напыление золотом проводили в аппарате IB-2. Препараты изучали при просмотре в электронных микроскопах JEOL JSM-6010LV и Hitachi-S405.

СЭМ показывает выраженную продольную складчатость интимы. Образованные валики выстланы эндотелием, который формирует гладкую поверхность. Внутренняя оболочка сформирована гладкомышечными клетками и переплетающимися соединительнотканными волокнами.

Наружная оболочка имеет значительную толщину, она переходит в окружающую соединительную ткань (рис. 1).

Существенные структурные изменения стенок лучевой артерии выявлены при различных способах их выделения.

При «скелетизации» сосуда отмечаются значительные изменения интимы в виде нарушения целостности эпителиального слоя (рис. 4). Эндотелиоциты десквамируются от внутренней эластической мембраны, обнажая её. Местами имеет место нарушение целостности и самой мембраны. «Оголение» внутренней эластической мембраны может иметь место на значительном её протяжении (рис.2-4).

Проведенные сравнительные исследования лучевых артерий при различных способах их выделения показали, что структурная сохранность оболочек лучевых артерий, особенно внутренней оболочки, зависит от способа их выделения.

«Скелетизация» приводит к нарушению целостности внутренней оболочки, особенно ее эндотелиального слоя, который является наиболее уяз-

вимым. Деэндотелизация внутренней оболочки может способствовать тромбообразованию в трансплантате.

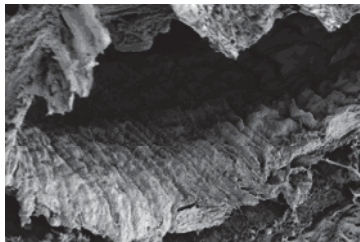


Рис.1. Сохранённая целостность интимы при щадящем выделении. СЭМ x 100.

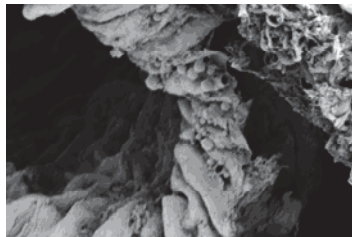


Рис. 2. Нарушение целостности эндотелиальной выстилки с эритроцитами и гранулами липидов на внутренней поверхности. «Скелетизация» лучевой артерии при её выделении. СЭМ x400.

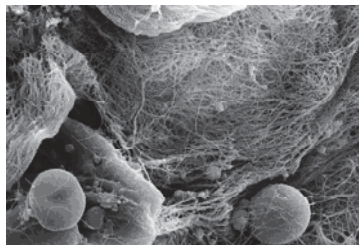


Рис. 3. Деэндотелизированная поверхность внутренней эластической мембраны «Скелетизация» лучевой артерии при её выделении. СЭМ x4000.

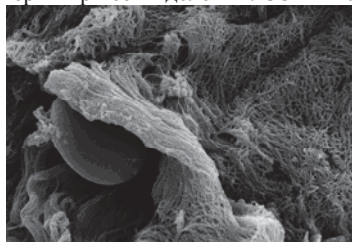


Рис. 4. Деэндотелизированная поверхность внутренней эластической мембраны «Скелетизация» лучевой артерии при её выделении. СЭМ x4000.

Литература

1. *Вечерский Ю.Ю., Андреев С.Л., Затолокин В.В.* Сравнительное исследование функционирования различных аутоартериальных и венозных графтов по данным шунтографии после изолированного коронарного шунтирования // Сибирский медицинский журнал (Томск). - 2010. - № 4, вып. 1. - С. 43-49.
2. *Wilson J.M., Ferguson J.J., Hall R.J.* Coronary artery bypass surgery and percutaneous coronary revascularization: impact on morbidity and mortality in patients with coronary artery disease // Cardiovascular Medicine. - NY : Springer, 2007. - P. 10731112.

Ультраструктурные изменения элементов периферической крови больных бронхиальной астмой и в эксперименте

Т.Г. Бархина¹, М.Ю. Гущин¹, О.В. Миславский², В.А. Ксенофонтова³, С.А. Польшнер²

¹ ФГБУ «НИИ морфологии человека» РАМН, 117418, Москва, Ул. Цюрупы, д.3

² ФГБУ ГНЦ «Институт иммунологии» ФМБА России

³ ФГБУ «НИИ вакцин и сывороток им. И.И. Мечникова» РАМН

При изучении образцов периферической крови при помощи СЭМ обнаружено, что наибольшие изменения наблюдаются у пациентов с четким увеличением процента патологических форм эритроцитов, которое пропорционально зависело от степени тяжести основного заболевания. В группе сравнения наблюдаются как эритроциты-нормоциты, в основном дискоциты, так и единичные эхиноциты. В основной группе пациентов, особенно у лиц старшего возраста наблюдалась постоянная агрегация эритроцитов с преобладанием их патологических форм: макроцитов, микроцитов, эхиноцитов, стоматоцитов и др. Следует заметить, что увеличение количества микроцитов обусловлено усилением гипоксических явлений, а преобладание макроцитарных форм свидетельствует о повышенном гемолизе и, по всей вероятности, слиянии нескольких эритроцитов. Появление различных патологических форм эритроцитов при сочетанной патологии обусловлено проявлением всех ультраструктурных изменений, связанных с нарушениями гемодинамики как в периферической крови, так и в органах, обеспечивающих дыхательные функции. Помимо этого имелось набухание эритроцитов, частая отслойка плазмалеммы; при значительной степени тяжести заболевания – в ряде случаев наблюдались «тени» эритроцитов и полное отделение их мембраны.

Выявленные изменения эритроцитов при присоединении других форм патологии и осложнений основного заболевания свидетельствуют о повышенном гемолизе, который усугубляет уже имеющуюся гипоксию тканей, что в целом приводит к развитию системной дыхательной недостаточности и толерантности к проводимой противоастматической терапии.

При изучении тромбоцитов наблюдалась их агрегация и скопление их в группы, наиболее выраженные изменения наблюдались также у пациентов старшей возрастной группы. Измененные формы тромбоцитов отличались вычурностью их очертаний и псевдоподий, локальными выпячиваниями мембран и отделением мембран от основной цитоплазмы.

В отдельных участках измененные формы тромбоцитов с многочисленными отростками, имели значительную протяженность и агрегацию с другими с помощью псевдоподий и непосредственно самих тромбоцитов. Эти изменения наряду с иммунологическими нарушениями клеток лейкоцитарного ряда создают картину морфофункциональных перестроек, не только аллергологического, но и гематологического характера, ведущую к значительным деструкциям в органах и тканях. Следует также отметить, что тромбоциты как клетки-мишени второго порядка могут стимулировать секрецию биологически активных веществ по IgE –опосредованному механизму. Иными словами, тромбоциты при данной патологии влияют на динамику изменений с двух различных сторон

Нами получены новые данные относительно клеток белой крови. Эти показатели можно наблюдать как уже при развившейся аллергопатологии, так и при экспериментальном введении аллергенов в суспензию лейкоцитов, обогащенных базофилами. Разработанная и модифицированная методика визуализации этой суспензии (рис. 1 а, б, в) продемонстрирована нами с помощью СЭМ.

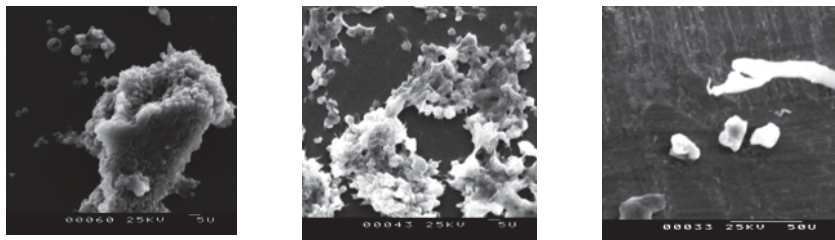


Рис. 1 СЭМ. а) Суспензия лейкоцитов; б) Суспензия лейкоцитов, обогащенных базофилами; в) Отдельные базофилы

Таким образом, изучение клеток периферической крови необходимо для понимания механизмов развития клинических форм БА. Выявленная повышенная проницаемость сосудов микроциркуляторного русла является обязательным компонентом воспалительной реакции при БА, которая в дальнейшем приводит к нарушениям нормального функционирования верхних и нижних дыхательных путей и наблюдающейся гиперреактивностью этой области. Изменения структуры и функции эритроцитов и тромбоцитов и некоторых клеток белой крови усугубляет этот процесс и приводит к значительным изменениям гипоксического, а нередко в тяжелых проявлениях и к аноксическим перестройкам.

Сканирующая электронная микроскопия наиболее универсальных органов-мишеней при светодиодных и лазерных воздействиях

А.Х. Бутаев, Д.Т. Пулатов, М.И. Байбек-Палмос, И.М. Байбеков.

Республиканский специализированный центр хирургии им. В. Вахидова, Ташкент, РУз

При использовании разнообразных методик и способов фототерапии различных органов, в том числе и висцеральных, осуществляемых чрезкожно, как с помощью лазеров, так и светодиодного излучения – Light Emitting Diode (LED), кожа является основным структурно - функциональным образованием, подвергаемым фотовоздействиям.

При внутрисосудистом лазерном облучении крови – ВЛОК, а также эндоскопическом воздействии на различные органы, на кожу не действует непосредственное облучение. Однако, при любом способе фототерапии, кровь в многочисленных сосудах кожи и других органах, подвергается довольно значительному фотовлиянию. Оно, зачастую, определяет эффекты фототерапии - ФТ.

Изменения кожи, и эритроцитов – Э крови при ФТ различных видов дерматологической и хирургической патологии не были предметом исследования с помощью сканирующей электронной микроскопии - СЭМ.

С использованием методик СЭМ изучены структурные изменения кожи и эритроцитов периферической крови и в области поражения при кожной патологии, язвенных кровотечениях, циррозе печени и, миастении.

Внутрисосудистое и чрезкожное облучение крови - ВЛОК и ЧЛОК проводили с помощью аппарата «Матрикс – ВЛОК» (всего до 10-12 сеансов), ЧЛОК и локальное облучение патологических очагов с помощью аппарата «Мустанг 017 - MCS-PC», с экспозицией по 5-10 мин, частотой 1000 Гц ежедневно, число сеансов 15-16. Светодиодное воздействие – LED аппарата Барва-Флекс ЗИК или СИК в сопоставимых дозах.

При всех исследованных видах патологии, помимо специфических изменений клеток и тканей органов, имеют место сдвиги в соотношении нормальных Э – дискоцитов - Д и их патологических форм – ПФЭ. Используемые способы ФТ приводят к нормализации структуры органов, соотношения Д и ПФЭ и МЦ. Особенно эффективно комплексное воздействие ВЛОК и локальной ФТ. Эффекты лазерной и LED ФТ сопоставимы.

При любой патологии имеют место сдвиги соотношения Д и ПФЭ.

Универсальность действия лазерного и светодиодного облучения заключается в нормализации соотношения Д и ПФЭ и МЦ, проявляемая через воздействие ФТ на кожу и кровь.



Рис.1. Доминирование патологических форм эритроцитов (эхиноцитов) в крови пациентов при нейродермите. СЭМ x 10000

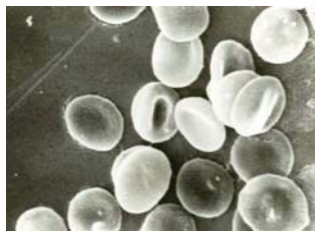


Рис.2. Снижение числа патологических форм эритроцитов после 5 сеансов МИ-КЛТ. СЭМ x 10000

Экологическая оценка состояния территории по результатам сканирующей электронной микроскопии

В.В. Габечая, В.А. Раскатов, Т.Х. Кумахова

*Российский государственный аграрный университет –МСХА имени К. А. Тимирязева
127550, г. Москва, ул. Тимирязевская, 49*

В современных условиях в связи с постоянно растущими темпами антропогенного влияния на природные комплексы требуется «совершенствование системы показателей» для контроля за состоянием окружающей среды. Экологические последствия загрязнения природной среды превратились в настоящее время в одну из приоритетных проблем. От промышленных эмиссий страдают лесные фитоценозы. Техногенные и антропогенные влияния на городские лесные массивы являются причиной функциональных изменений у древесных и кустарниковых пород, что проявляется в ингибировании ряда физиологических функций.

Исследования проводили в 100-летних насаждениях сосны обыкновенной и берёзы на Лесной опытной даче ТСХА, произрастающих в условиях урбанизированного ландшафта, контролем являлись насаждения сосны обыкновенной и берёзы в Истринском лесничестве Солнечногорского лесокомбината (60 км от г. Москвы).

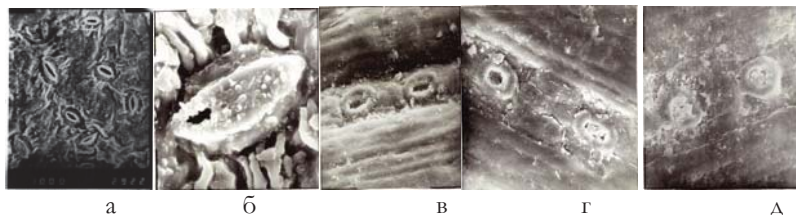


Рис. Состояние устьиц у насаждений берёзы (а-фон; б-хроническое загрязнение) и сосны обыкновенной (в-фон; г, д- среднее и повышенное загрязнение) на фоновых и урбанизированных контрольных участках.

Действие загрязнения воздуха на морфологию хвои сосны обыкновенной, в частности кутикулу, восковые отложения и устьичный аппарат изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа BS-300 (KOVU).

В ходе просмотра образцов выявлены изменения структуры и характера восковых отложений в области устьиц. При этом кристаллическая форма воска сменялась на аморфную, что затрудняет газообмен и транспирацию.

Отмечалось пожелтение хвои с большим количеством повреждений воска в области устьиц, особенно в щелях. Изменение окраски листьев представляет собой неспецифическую реакцию хвои сосны на действие стресса. При сильной деградации восковых отложений изменялось содержание и соотношение зеленых и желтых пигментов – хлорофилла и каротиноидов. В поврежденной хвое также обнаруживали дисбаланс между магнием и калием.

Токсическое действие воздушного загрязнения может проявляться несколькими путями, но чаще всего оно приводит к нарушению обмена веществ. Для понимания причин нарушения саморегуляции и устойчивости лесонасаждений, вызванных воздушными загрязнениями, изучали динамику накопления тяжелых металлов методом атомно-абсорбционной спектроскопии в области годовичных колец древесины за 100 лет по пятилетним периодам: свинец, кадмий, стронций, кобальт, марганец, медь, цинк, железо, хром и никель, а также химический состав коры.

Установлено, что начиная с конца 40-х, начала 50-х годов, в области годовичных колец древесины увеличивается содержание свинца, меди и цинка. Концентрация всех тяжелых металлов в коре превышала в несколько раз их концентрацию в области годовичных колец древесины.

Таким образом, полученные результаты дополняют и уточняют карту функционального зонирования территорий и могут быть приняты к сведению при формировании политики развития города

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов:

РФФИ – № 11-04-01376 и Правительства России № 11.G.34.31.0079

Иммуноцитохимическое исследование распределения транспортеров глюкозы в культуре клеток Caco2

Н.М. Грефнер¹, Л.В. Громова², Я.Ю. Комиссарчик¹

¹ Институт цитологии РАН, 194064 С-Петербург, Тихорецкий пр., 4.

² Институт физиологии им.И.П.Павлова РАН, 199034 С-Петербург, наб. Макарова, 6.

Поступление глюкозы из просвета кишки в энтероциты и далее в кровяное русло происходит благодаря работе транспортеров SGLT1 и GLUT2. При низких концентрациях глюкозы Na-зависимый транспортер SGLT1 обеспечивает перенос сахара через апикальную мембрану энтероцита в клетку, а GLUT2 — через базолатеральную мембрану из клетки в кровяное русло. При высоких концентрациях глюкозы GLUT2 также включается в транспорт глюкозы через апикальную мембрану.

Для понимания механизмов транспорта глюкозы необходимо знать локализацию транспортеров в энтероцитах, их возможное перераспределение при всасывании глюкозы и взаимодействие с элементами цитоскелета клетки. Нами довольно подробно исследованы эти вопросы на световом уровне с помощью конфокального микроскопа. К сожалению, иммуноцитохимические исследования на электронно-микроскопическом уровне оказались мало информативными. По-видимому, при препарировании клеток для электронномикроскопического изучения происходит деструкция анализируемых антигенов, так как полимеризация заливочной среды идет при относительно высокой температуре.

Недавно у нас появилась возможность приготовления ультратонких криосрезов и проведения на них иммунной реакции по выявлению транспортеров глюкозы, тубулинового и актинового цитоскелета.

Монослой клеток карциномы ободочной кишки (Caco2), который является распространенной моделью кишечного эпителия, культивировали на полиэфирных фильтрах с диаметром пор 0,4 мкм в течение 21 дня. После этого с апикальной стороны клеток добавляли раствор глюкозы, а с базальной — буферный раствор. Через 1 час глюкоза была обнаружена в буферном растворе с базальной стороны клеток, то есть произошел перенос глюкозы через монослой клеток. По окончании опыта культуру клеток фиксировали в течение 2 часов в растворе 2% формальдегида с добавлением 0,1% глютаральдегида на PBS. Затем монослой пропитывали криопротектором - сахарозой в возрастающих концентрациях (0.5 mM, 1.5 mM и 2.3 mM)

Фрагменты монослоя замораживали в жидком азоте и с помощью криоультратома фирмы Leica изготавливали срезы толщиной 70-80 нм. Получен-

ные срезы подвергали иммунной реакции, при которой в качестве первых антител использовали поликлональные антитела к указанным транспортерам, а в качестве вторых антител — иммуноглобулин А, конъюгированный с частицами золота. После проведения иммунной реакции срезы контрастировали 2% уранилацетатом в растворе метилцеллюлозы. Готовые препараты просматривали на микроскопе Libra 120 (Carl Zeiss, Германия). Параллельно проводили исследование той же культуры на конфокальном микроскопе.

Результаты исследования показали, что транспортер GLUT2 при добавлении глюкозы в низкой концентрации (2.5 мМ) располагается вблизи базолатеральной мембраны. При добавлении глюкозы в высокой концентрации (25 мМ) GLUT2 обнаруживается также и в апикальной части клеток. SGLT1 при разных вариантах нагрузок локализован вблизи апикальной мембраны.

Работа выполнена с использованием оборудования Ресурсного центра СПбГУ «Развитие молекулярных и клеточных технологий».

Мультимасштабная мультимодальная микроскопия и анализ полного распределения по размерам наноэмульсий, полученных из двухфазного потока

Дмитриева Т.Г.¹, Черезова В.А.¹, Казанский П.Р.¹, Шкловер В.Я.¹, Федотова Е.А.²

¹ ООО «Системы для микроскопии и анализа», ул.Новая, 100, д.Сколково, Московская обл., Россия

² ООО КоролёвФарм, г.Королев, Московская обл., Россия

Структурная информация в микро- и наномасштабе, полученная современными методами микроскопии, обеспечивает прочную основу для понимания механизмов действия косметических и фармакологических препаратов, позволяя целенаправленно создавать и конструировать новые композиции, в том числе с применением инновационных наноматериалов, для повышения эффективности и придания этим препаратам новых свойств.

В данной работе исследована нано-эмульсионная основа для производства косметических продуктов, которая представляют собой эмульсионную систему (эмульсия типа «масло в воде»), полученную на гидрокавитационной коллоидной мельнице (далее по тексту ГККМ). Принципиальное отличие данных эмульсий заключается в технологической обработке – эмульгировании в ГККМ, которая позволяет получить эмульсию, содержащую пузырьки масла размером менее 100 нм в количестве не менее 10% [1].

Чем меньше размер частиц, тем больше вязкость и стабильность эмульсии. Наноразмерность частиц обеспечивает эффективность доставки активных ингредиентов, способствуют их постепенному высвобождению в течение длительного периода времени (сенсорные свойства). Подобная структура, по сравнению с классической эмульсией, более стабильна в процессе хранения, что продлевает срок хранения готового продукта.

Методами мультимодальной и мультимасштабной микроскопии была проведена комплексная структурная характеристика полученной на ГККМ водно-масляной наноэмульсии:

- На лазерно-обтюрационном анализаторе частиц проведен морфометрический анализ и получено распределение частиц эмульсии по размерам в диапазоне размеров от 300 нм и выше. Данный метод позволяет автоматизировать процесс анализа размеров пузырьков в эмульсиях, поскольку прибор позволяет регистрировать рассеяние света на границе раздела двух фаз даже в системе, состоящей из прозрачных компонентов [2].

- Средствами растровой электронной микроскопии в естественной среде (ESEM) визуализированы и измерены частицы эмульсии в диапазоне 10 – 600 нм. Съемка производилась в просвечивающем режиме сканирования, при контролируемом давлении паров воды в камере, в тонком (менее 1 мкм) слое водно-масляной эмульсии (WetSTEM [3, 4])

Перекрытие диапазона измерений позволило удостовериться в сходимости методики измерений и получить достоверное распределение по размерам во всем релевантном диапазоне, а характер распределения в области наноразмерных частиц позволило отнести данный препарат к наноэмульсиям, согласно принятым отраслевым стандартам и критериям.

Комплексный подход с применением широкого спектра современных методов микроскопии (мультимодальность) и структурная характеристика перпаратов в широком масштабном диапазоне (мультимасштабность) обеспечивает прочную основу для понимания механизмов действия косметических и фармакологических препаратов, позволяя целенаправленно создавать и конструировать новые композиции, в том числе с применением инновационных наноматериалов, для повышения эффективности и придания этим препаратам новых свойств.

1. ТУ 9154-055-17444221-2014. НАНО-ЭМУЛЬСИИ КОСМЕТИЧЕСКИЕ / НАНО-ЭМУЛЬСИОННЫЕ ОСНОВЫ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КОСМЕТИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ
2. *G. McLellan, J. Schipperen, R. Stevens.* Beyond Particle Sizing, ArabLAB 2008, Dubai.
3. *V. Klang, N.B. Matsko, C. Valenta, F. Hofer.* Electron microscopy of nanoemulsions: An essential tool for characterisation and stability assessment. *Micron* 43, 2012, 85 – 103.
4. *A. Bogner, P.H. Jouneau, G. Thollet, D. Basset, C. Gauthier.* A history of scanning electron microscopy developments: towards “wet-STEM” imaging. *Micron* 38, 2007, 390 – 401.

Ультраструктурная характеристика локализации катионов натрия при дегидратации цитологических мазков орального секрета и индуцированной мокроты

С.В. Зиновьев, С.С. Целуйко, М.М. Горбунов, А.В. Прокопенко, Д.П. Решодько

ГБОУ ВПО Амурская государственная медицинская академия. Амурская область. Россия.

Взаимодействие формальдегида с полимерами и биологическими молекулами это фундаментальная проблема, морфологии, цитологии, медицины, биологии. При взаимодействии с амидными группами белков формальдегид образует с метиленовые мостики [1,2]. Поэтому фиксация в формальдегиде является обязательным этапом морфологического, цитологического исследования. Ранее нами было обнаружено, что натрий хлорид участвует в процессе фиксации цитологических препаратов [2,3]. Был сделан вывод о том, что фиксация в формалине характеризует процессы гидратации биологических структур. Это говорит о сложной конструкции метиленовых мостиков, что необходимо учитывать в случае цитоморфологического исследования. Поэтому целью работы являлось ультраструктурное изучение локализации натрия хлорида в цитологических препаратах индуцированной мокроты фиксированных в парах формалина.

Объектом нашего исследования.

Индуцированной мокроту (ИМ) и оральный секрет получали после ингаляции гипертоническим раствором натрия хлорида в органы дыхания больных бронхиальной астмой. ИМ наносили покровные микроскопические стекла. Мазки ИМ и орального секрета высушивали на воздухе, с целью фиксации в парах формалина помещали в эксикатор на дне, которого находился р-р 40% формалина. С целью выявления катионов натрия, мазки окрашивали в растворе тетраоксида осмия и антимоноата калия [1,4]. Предварительно мы изучали цитохимическую реакцию с помощью световой микроскопии. В целях растровой электронной микроскопии на мазки напылялось золото. Просмотр мазков ИМ осуществляли на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) S-3400 Hitachi (Япония).

Результаты исследования.

В настоящем исследовании при микроскопическом изучении мазков обнаруживается выраженная кристаллизация орального секрета и ИМ. В полях зрения микроскопа обнаруживаются ветви кристаллов древовидной формы. Перед постановкой цитохимической реакции мазки промывались в

дистиллированной воде. Цитохимическое окрашивание мазков орального секрета и ИМ, происходило в течение 30 минут. После чего мазки ополаскивались в дистиллированной воде. В цитологических мазках выявляются гистохимические критерии, которые указывают на присутствие натрия хлорида в составе продуктов кристаллизации бронхиального секрета. При СЭМ и световой микроскопии обнаружено, то, что при окрашивании мазков ИМ с помощью антимоноата и осмия тетраоксида обнаруживается два вида кристаллов. В мазках имеются крупные веретенообразные кристаллы антимоноата натрия шириной до 9-15 мкм. Помимо кристаллов антимоноата натрия в мазках присутствуют мелкие кристаллы менее 0, 2 мкм шириной, которые при световой микроскопии представлены осадком пигмента неизвестного состава. Результаты исследования говорят об участии взаимодействия метилгидратов формальдегида с натрием хлорида. Это указывает на сложный план строения метиленовых мостиков, которые образуются при участии полимеров метилгидратов формалина. Известно, что в присутствии натрия хлорида происходит кристаллизация биологических жидкостей, а именно орального, вагинального, назального секретов, мокроты [3]. Модель биологических кристаллизации уточняет специфичность гистохимического исследования катионов натрия на цитологических препаратах [1,4]. Ранее нами было обнаружено, что на мазках изотонического орального секрета в результате взаимодействия антимоноата калия, нитрата свинца и натрия хлорида образуется пигмент неополитановый желтый имеющий желто-коричневый цвет [2]. Результаты настоящего исследования доказывают то что, при взаимодействии натрия хлорида, антимоноата калия с тетраоксидом осмия образуется сложный пигмент, состав, которого недостаточно изучен.

Литература

1. Гайер Г. Электронная гистохимии. - М., Мир, 1974.- 488 с.
2. Зиновьев С.В., Черепенько Г.А., Решодько Д.П. и др. Цитологическая и гистологическая характеристики орального секрета у студентов, проживающих в Амурской области, при профилактическом лечении общего охлаждения организма дигидрокверцетином // Амурский медицинский журнал.- 2014, № 1(5).- С. 100-103.
3. Зиновьев С.В. и др. Растровая электронная микроскопия продуктов кристаллизации гипотонических смывов носовой и ротовой полостей человека //XVIII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования.- Черногловка.- 2013.- С. 462-464
4. Shiina S.I., Mizuhira V., Amakawa T., Futaesaku Y. // J. Histochem. Cytochem.-1970.- 18(9).- P. 644-649.

Исследование деформаций адгезионных микрощетинков геккона токи (*Gekko gecko* L.)

А.И. Ильин¹, Ю.Ф. Ивлев², О.В. Трофимов¹

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

2 Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, 119071, Москва, Ленинский проспект, д. 33., Россия

Способность многих представителей семейства гекконов, а также некоторых анолисов и сцинков, свободно перемещаться по наклонным, вертикальным и перевернутым вниз поверхностям обеспечивается так называемой «сухой» адгезией, основанной на силах слабых межмолекулярных взаимодействий (силах Ван-дер-Ваальса), действующих между субстратом и микрофибриллярными микронного и субмикронного размера кератин-содержащими структурами на подошвенной стороне пальцев этих животных (рис. 1).

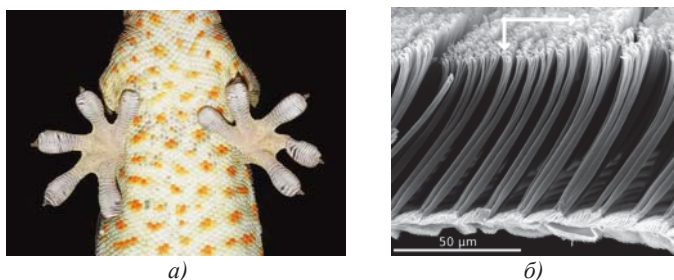


Рис. 1. Геккон токи — классический объект для изучения адгезии биологических организмов. а) общий вид адгезионной поверхности подошвенной стороны пальцев; б) адгезионные микрофибриллы-щетинки (setae), направление нагрузок на покрытие в естественных условиях показаны белыми стрелками; адгезия щетинок с субстратом обеспечивается тонкими, порядка 100–400 нм в диаметре, волокнами на конце каждой щетинки.

Микрофибриллярная природа адгезионного покрытия позволяет обеспечивать необходимое количество адгезионных контактов подошвы с субстратом. При этом эффективная адгезия должна определяться не только природой адгезионных сил, действующих непосредственно в местах контактов, и суммарной площадью этих контактов, но и физическими свойствами и геометрией всего микрофибриллярного покрытия. В частности, концепция «упругого возврата» («elastic energy return» [1]) предполагает, что упругая энергия, запасаемая при деформации щетинок в процессе опо-

ры животного на субстрат, может быть затем использована для работы против сил адгезии при переносе конечности, снижая тем самым энергозатраты при движении. Наоборот, предполагаемая вязкость адгезионных щетинок способна в определенных условиях увеличить эффективную работу адгезии, рассеивая запасенную при их деформации энергию [2].

Указанная неоднозначность представлений о роли вязкоупругих свойств адгезионных микрофибрилл требует их специального изучения. Мы исследовали проявление гистерезиса при циклических деформациях отдельных щетинок геккона для оценки вязкоупругих свойств этих образований. Щетинки нагружали иглой кантилевера АСМ, имеющей форму усеченного конуса, регистрируя кривые нагрузка-разгрузка (рис.2.).

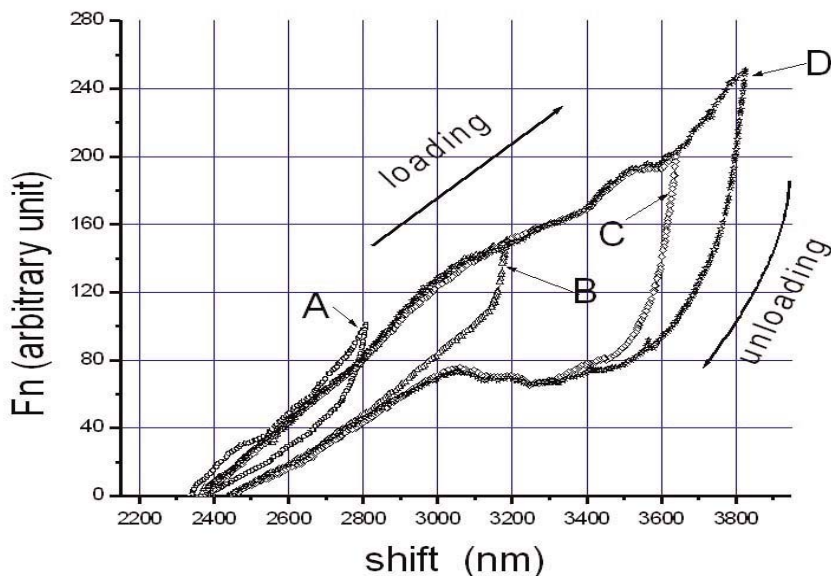


Рис. 2. Зависимости деформации щетинки при нагрузке-разгрузке разной по величине поперечной силой с помощью кантилевера АСМ: А – 100, В – 150, С – 200, D – 250 условных единиц.

1. K. Autumn, C. Majidi, R. E. Groff, A. Dittmore, R. Fearing. J. Exp. Biol., 2006, 209, 3558-356.
2. J. B. Puthoff, M. S. Prowse, M. Wilkinson, K. Autumn, K. J. Exp. Biol. 2010, 213, 3699-3704.

Сканирующая электронная микроскопия шовного материала при изучении осложнений в сердечнососудистой и абдоминальной хирургии.

П.Е. Каракозов, Б.К. Ибадов, Д.Н. Мадаминов

*Республиканский Специализированный Центр Хирургии им. акад. В. Вахидова,
Ташкент, Узбекистан*

Методами сканирующей электронной и световой микроскопии изучена пространственная ультраструктура ряда нативных (in vitro) хирургических нитей и узлы из них, используемых в сердечнососудистой и абдоминальной хирургии, а также его взаимодействие с биологическими тканями в разные сроки после имплантации у человека и экспериментальных животных (in vivo). Исследованию подвергся шовный материал различных производителей - АККИ, Premilene, Syntofil, Teflon-Polyester, Vitalon, Surgidac, Biosin, Surgipro, Monosoft, Polisorb, Cotton, Surgilene, Novafil, Ti-Cron, Dexon II, Maxon, Ethibond Exel, Ethibond Extra, Mersilene, Prolene, Vicril. Исследованы 6 нитей каждого типа и бренда взятые рандомизированно из товарной партии.

Выявлено, что исходные микроструктурные характеристики однородных по строению синтетических материалов, внешне схожих, весьма разнятся между собой, особенно при их имплантации в организм или моделировании процессов имплантации. При этом выявляются разнообразные дефекты упомянутых выше образцов, подвергшихся механическим или биохимическим воздействиям. Степень и характер возникающих дефектов весьма индивидуальны и зависят от типа и состава синтетического материала, а также фирмы производителя. Причем, эти дефекты начинают выявляться уже на начальной стадии применения шовного материала до его использования. Как правило, это различной степени дезинтеграция волокон нити и нарушение целостности их поверхности. Эти процессы значительно более выражены в узлах, где они приобретают размах от незначительной деформации до полного разрушения, что приводит к неизбежной недостаточности шва. Наиболее подвержены дезинтеграционным процессам плетеные рассасывающиеся нити, наименее – синтетические монофиламентные нити. Стабильность и прочность узла в немалой степени зависят от плотности прилегания петель нити друг к другу и длительного сохранения ими своей формы. При этом, заметную роль играют микрорельеф поверхности и эластичность нити. С этой позиции плетеные мультифиламентные нити имеют преимущество перед монофиламентными.

Шовный материал, используемый в сердечнососудистой хирургии, непосредственно соприкасается с кровотоком. Соответственно, его поверхностный микрорельеф и физико-химические свойства являются источником тромбообразования (или микро тромбообразования) до интеграции нити в биологическую ткань. При изучении плетеных нитей с покрытием или пропитанных силиконом выявлено, что при завязывании узлов этот материал деформирует поверхность нити, образуя многочисленные, разного размера и формы бугры. Именно в этих участках, как и в местах нарушения целостности поверхности нити, выявлено отложение фибрина и образование тромбов или микро тромбов в раннем послеоперационном периоде. В сердечнососудистой хирургии имеют значение также объем и линейные размеры узлов, выступающих в просвет сердца или сосуда, как источника микро тромбов. Узлы из плетеных нитей больше приближаются по форме к уплощенной сфере, а узлы из мононитей – к цилиндру или конусу. Таким образом, преимущества такого шовного материала с точки зрения удобства применения в хирургии становятся нередко ощутимыми недостатками при изучении их трехмерной структурной организации. Характер взаимодействия искусственных материалов с тканями реципиента и их интеграция в сердечнососудистую систему непосредственно зависят от структуры используемых нитей и их электростатических свойств. Исходные дефекты или повреждения, возникающие в процессе использования, уменьшают срок адекватного функционирования нитей, увеличивают степень или риск их разрушения и появления, специфических для имплантатов осложнений, включая нарушения общей и локальной гемодинамики, тромбоза или микро тромбоза. Наилучшие результаты, при этом, также наблюдались у синтетических мононитей. Обращает на себя внимание также и характер среза нитей. У плетеных синтетических нитей образуется разной степени выраженности бахрома, чего лишены мононити. Скорость, степень и качество интеграции синтетических нитей и узлов в ткани реципиента являются немаловажными факторами. Плетеные нити быстрее и в наибольшей степени интегрируются с биологическими тканями, в то время, как мононити инкапсулируются, сохраняя свою исходную структуру.

Сканирующая электронная микроскопия в оценке осложнений, связанных с применением биологических материалов в сердечнососудистой хирургии.

П. Е. Каракозов, Б.К. Ибадов

*Республиканский Специализированный Центр Хирургии им. акад. В. Вахидова,
Ташкент, Узбекистан*

Для понимания функционирования биологических протезов в сердечнососудистой системе и развития осложнений, связанных с их применением, большое значение имеют морфологические и морфофункциональные особенности этих объектов.

Методами сканирующей и трансмиссионной электронной микроскопии, световой микроскопии окрашенных парафиновых и полутонких срезов изучен ряд нативных и консервированных биологических материалов, используемых в клинической и экспериментальной кардиохирургии (in vitro), а также в разные сроки после их имплантации в сердечнососудистую систему (in vivo). Исследованию подверглись ауто- и ксеноперикард, диафрагма, твердая мозговая оболочка, широкая фасция бедра, стенки предсердий, широчайшая мышца спины, клапаны сердца и магистральные сосуды взрослых и плодов человека и животных в виде свободной пластики и использования питающей нейро-сосудистой ножки, их взаимодействие с окружающими тканями, в том числе – с кровью в процессе функционирования.

Проведенные исследования выявили значительные различия, как в структуре и ориентации соединительно-тканого каркаса, так и в микрорельефе своей поверхности, представленном бороздами и гребнями разнообразных размеров, формы и направления. Каждый из вышеперечисленных биоматериалов имеет свои отличительные морфофункциональные характеристики, меняющиеся в процессе стерилизации и консервации, что отражается и на микрорельефе, который после имплантации биоматериала в сердечнососудистую систему участвует в общем и локальном кровотоке. Эти различия в значительной мере определяют и разные результаты применения биоматериалов с развитием или отсутствием осложнений, характерных для имплантатов. Изменение локальной гемодинамики в зоне пластики приводит к тромбозу или микротромбозу биологической ткани. Организация тромбов или микротромбов способствует дезорганизации использованной биоткани и ее дальнейшему фиброзу и склерозу. Соответственно, мик-

рорельеф биопротеза должен в максимальной степени соответствовать микрорельфу окружающих тканей в зоне пластики.

Основными факторами, влияющими на исход биологического протезирования, являются именно исходные морфофункциональные характеристики используемых биологических материалов, их эмбриологическое происхождение, соответствие новым условиям существования, степень сохранности и жизнеспособности всех структурных компонентов после имплантации. Выявляется четкая взаимосвязь между трехмерной гистоархитектоникой и функцией биоматериала. При этом, чем больше пространственная организация структурной архитектоники биотканей, включая микрорельеф поверхности, приближается к таковым в реконструируемых участках сердечнососудистой системы, тем лучше результаты протезирования и меньше специфических осложнений.

Таким образом, структурные особенности биотканей являются одним из детерминирующих факторов их адекватного функционирования и должны учитываться при выборе биоматериала при использовании в сердечнососудистой хирургии. Соблюдение этих условий позволит предотвратить дезорганизацию соединительно-тканых структур и деструкции, удлинить срок адекватного функционирования биологических протезов, уменьшить степень или риск специфических для имплантантов осложнений, включая нарушения локальной гемодинамики, тромбоза (микротромбоза) и тромбозов.

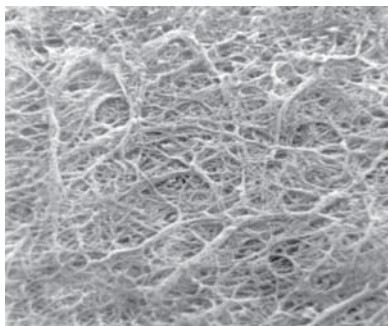
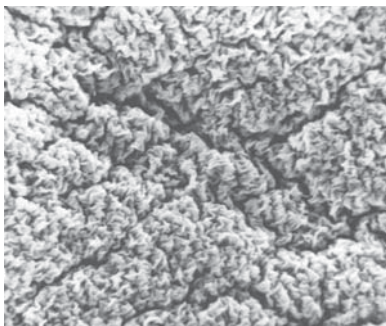


Рис. 1. Телячий перикард, консервированный в глутаровом альдегиде. СЭМ. х 150.

Рис. 2. Телячий перикард, консервированный в глутаровом альдегиде. 14 суток после имплантации в позицию межпредсердной перегородки человека. СЭМ. х 200.

Особенности адсорбции катионной РНКазы *Bacillus pumilus* на заряженной и гидрофобной поверхностях

О.А. Коновалова, Н.В. Калачева, Г.Р.Игтисамова

Казанский (Приволжский) Федеральный университет, г. Казань, Татарстан, Россия

Одним из современных методов исследования структуры поверхности в нанометровом масштабе является атомно-силовая микроскопия (АСМ). С помощью АСМ успешно анализируются динамика сорбции и конформация разных веществ, в том числе белковых молекул, на атомарно ровных поверхностях [1,2]. Изучение физической адсорбции белков на различные поверхности помогает выявить особенности их функционирования при контакте с клеточной мембраной и другими биологическими субстратами. Наряду с изучением адсорбции методы АСМ широко используются для исследования локальной структуры клеточной мембраны и искусственных бислойных структур, так как позволяют получать ценную информацию о конформационных изменениях, происходящих в липидных мембранах при взаимодействии с различными биомолекулами.

Объектом настоящей работы является катионная РНКаза *Bacillus pumilus* (биназа), которая наряду с другими РНКазами, привлекает внимание исследователей как потенциальный противоопухолевый препарат нового поколения. Попадая в организм, РНКазы могут действовать на разные клетки и клеточные мишени, поэтому изучение адсорбции РНКаз на поверхности, моделирующие их взаимодействие с цитоплазматической мембраной и внутриклеточными структурами, представляется весьма перспективным.

Визуализацию процесса адсорбции РНКазы А и РНКазы В_i на слюде и пиррографите проводили на атомно-силовых микроскопах Solver P47H, сканер 50×50 мкм и Solver Pro, сканер 3×3 мкм. Сканирование поверхности проводили на воздухе при комнатной температуре в полуконтактном режиме стандартными кремниевыми кантилеверами NSG11 и NSG10S (радиус закругления 10 нм), используя 3 методики сканирования: постоянной амплитуды, фазового контраста и сигнала рассогласования.

Кинетика адсорбции РНКаз на двух различных поверхностях исследовалась по степени заполнения белком поверхности сорбента Q в течение промежутка времени сорбции Δt .

Степень заполнения белком поверхности определялась по формуле:

$$Q = \Gamma / \Gamma_0 \quad (1)$$

где Γ - количество сорбата (вещество, которое сорбируется на какую либо поверхность, в нашем случае это белки), сорбированного за период времени Δt , Γ_0 - площадь поверхностного контакта раствора и сорбента (слиуда или пирографит).

Оценка степени заполнения белком поверхности Q проводилась по программам, написанным с помощью MATLAB R2009b. Одна из них рассчитывала степень покрытия белком поверхности по АСМ-изображениям, полученным в режиме топографии, другая – по АСМ-изображениям, полученным в режиме фазового контраста. Объем выборки АСМ-изображений составлял от 7 до 15 сканов для каждого конкретного времени взаимодействия.

В данной работе методом АСМ проведено изучение физической адсорбции биназы на отрицательно заряженную поверхность слиуды (модель цитоплазматической мембраны), гидрофобную поверхность пирографита и поверхность липидных слоев из дипальмитоилфосфатидилхолина (DPPC).

Результаты наших исследований показали, что биназа:

1) эффективно адсорбируется на отрицательно заряженную поверхность слиуды в виде мономеров и димеров;

2) проявляет повышенную тропность к гидрофобной поверхности пирографита;

3) изменяет морфотопографию и толщину липидного бислоя DPPC. Особенности адсорбции биназы на различные поверхности хорошо согласуются с теоретическими расчетами, опубликованными ранее [3], в соответствии с которыми в молекуле биназы присутствует гидрофобный сегмент (НФ) и аминокислотные остатки, необходимые для её димеризации. Термодинамические параметры НФ сегмента свидетельствуют о том, что он способен к термодинамически выгодному взаимодействию с липидным бислоем и стерически доступен для димеризации мономеров биназы. При адсорбции другого катионного белка (панкреатической РНКАзы А), не имеющего в молекуле гидрофобного сегмента, вышеперечисленные эффекты не наблюдаются.

1. O.A. Konovalova, T.A. Nevzorova, V.G. Vinter and M.Kh. Salakhov. // *Instruments and Experimental Techniques*, 2005, 6, 110-14.
2. Qian Tang, Chun-Hua Xu, San-Qiang Shi, Li-Min Zhou. // *Synthetic Metals*, 2004, 147, 247–252
3. F.V. Shirshikov, G.V. Cherepnev, O.N. Ilinskaya, N.V. Kalacheva. // *Medical Hypotheses*, 2013, 81, 328-334.

Сканирующая электронная микроскопия токсичных динофлагеллят

А.Ф. Крахмальный¹ Ю.Б. Брянцева²

1 Институт эволюционной экологии НАН Украины,
03143, г. Киев, ул. Акад. Лебедева, 37, Украина

2 Институт ботаники им. Н.Г.Холодного НАН Украины,
01601, г. Киев, ул. Терещенковская, 21, Украина

Загрязнение Мирового океана, в целом, и Черного моря, в частности, привело к тому, что развитие токсичных динофлагеллят стало почти повсеместным. Ежегодно в мире регистрируются десятки тысяч случаев отравления вследствие употребления в пищу рыбы, моллюсков и других морепродуктов из зон, где развиваются динофлагелляты. Токсичность некоторых видов динофлагеллят настолько велика, что даже обычный ветер, дующий со стороны моря и содержащий мелкий спрей с клетками динофлагеллят, вызывает раздражение верхних дыхательных путей, различные аллергии, бронхит и астму. Известны случаи заболевания людей просто находившихся на берегу водоемов, в которых массово развивались динофлагелляты [1].

Для уменьшения вредоносного влияния токсичных видов нужно принимать неотложные и эффективные меры, направленные как на снижение загрязнения водоемов, так и на повышение точности определения видов. Знание видового состава также необходимо и для решения многих других экологических и природоохранных вопросов, поскольку динофлагелляты являются одним из основных компонентов водных экосистем и определяют продуктивность и санитарно-экологическое состояние. Как известно, определение динофлагеллят базируется на морфологических признаках, которые плохо различимы в световых микроскопах. Особенно серьезные проблемы возникают при работе с мелкими видами (10-50 мкм). В 2011-2014 гг. были проведены электронно-микроскопические исследования ряда токсичных видов, отобранных из планктона Черного моря в районе Севастополя. Ниже мы приводим результаты исследований некоторых видов, относящихся к родам *Dinophysis*, *Gonyaulax* и *Protoperidinium* (Рис. 1). Мы также даем и оригинальные фотографии этих видов, сделанные с помощью светового микроскопа Olympus BX 51.

Dinoflagellata: Dinophysis caudata Saville-Kent – возбудитель «красных приливов», продуцирует окадаиковую кислоту и ихтиотоксины, *Gonyaulax spinifera* (Clap. et J. Lachm.) Diesing – вызывает гибель морских животных, *Protoperidinium divergens* (Ehrenb.) Balech – продуцирует окадаиковую кислоту [2].

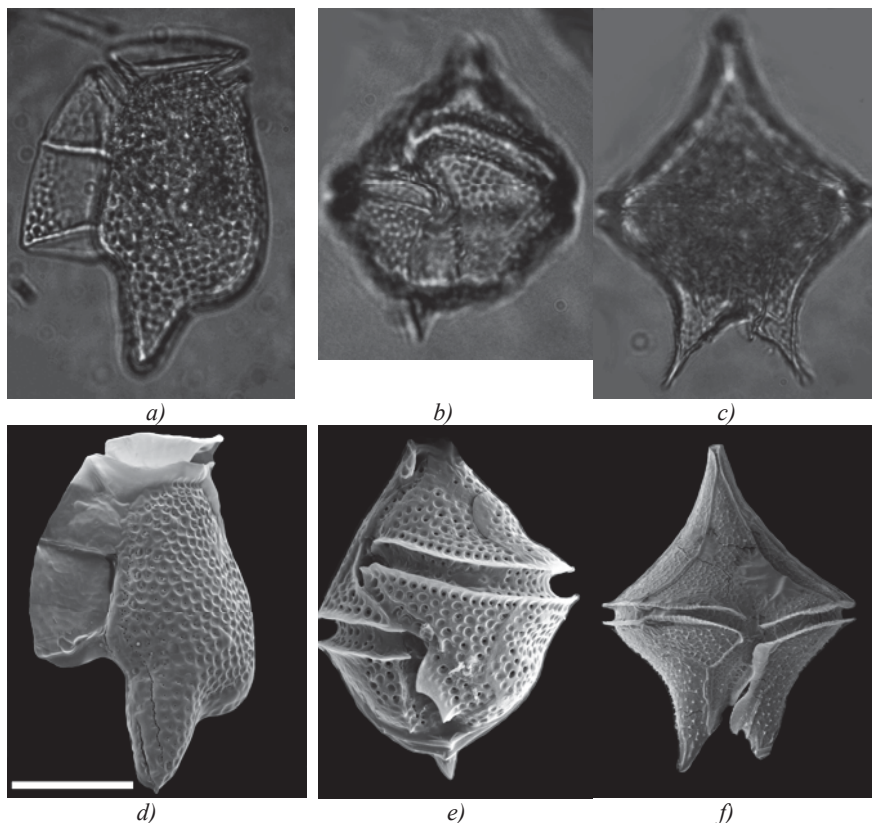


Рис. 1. *a, d* - *Dinophysis caudata*; *b, e* - *Gonyaulax spinifera*; *c, f* - *Protoperidinium divergens*; *a-c* - световой микроскоп Olympus BX 51 (увеличение 600); *d-f* - оже-микроскоп с полевой эмиссией JAMP 9500 F (увеличение 4000 раз).

1. C. Van de Hoek, D. G. Mann, H. M. Jahns. Algae. An introduction to phycology. Cambridge: University press, 1995. - P. 244-281.
2. Л.И. Рябушко Атлас токсичных микроводорослей Черного и Азовского морей. Севастополь: ЭКОСИ-Гидрофизика, 2003. - 140 с.

Микрорельеф поверхности листьев некоторых горных представителей *Maloideae*

Т.Х. Кумахова¹, А.В. Бабоша², А.С. Рябченко², Д.М. Анатов³, М.К. Дакиева³

¹ *Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева, Москва*

² *Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина РАН, Москва*

³ *Горный ботанический сад ДНЦ РАН, Дагестан*

³ *Ингушский государственный университет, г. Магас*

Поверхность листьев многих цветковых растений обладает закономерным организованным микрорельефом, функциональное значение которого до настоящего времени остается не совсем ясным.

Целью данной работы было сравнительное изучение микрорельефа поверхности верхней и нижней эпидермы листьев *Malus orientalis* Uglitz., *Pyrus caucasica* Fed. и *Mespilus germanica* L., произрастающих в горах Северного Кавказа на разных высотах (370, 500, 800, 1200, 1650, 1750 м над уровнем моря).

Образцы из области между жилками средней части листовой пластинки исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (микроскоп LEO-1430 VP, Carl Zeiss, оборудованный замораживающей приставкой «Deben CoolStage») в режиме высокого вакуума при -30°C (криоСЭМ).

Электронно-микроскопические исследования показали, что листья всех изученных представителей *Maloideae*, независимо от условий их произрастания, как правило, гипостоматного типа, устьица присутствуют только в нижней эпидерме.

В наших исследованиях эпидерма на разных сторонах листа четко различалась спецификой микроструктурной организации. Так на адаксиальной поверхности она была представлена тканью, составленной из однотипных клеток, покрытых кутикулой в виде складок (Рис. 1, А). Напротив, абаксиальная эпидерма – полифункциональной сложной тканью, в ее состав входили клетки разных типов: основные, замыкающие клетки устьиц, околоустьичные и трихомы. При этом на абаксиальной поверхности наблюдали два типа кутикулярных складок, ассоциированных с устьицами: в первом случае перистоматические кольца опоясывали обе замыкающие клетки целиком и от них отходили микротяжи, расходящиеся в радиальном направлении; во-втором – тяжи от устьиц расходились в разных направлениях, соединяя замыкающие, околоустьичные и примыкающие к ним основные клетки эпидермы в единый структурно-функциональный комплекс (Рис. 1, Б, В).

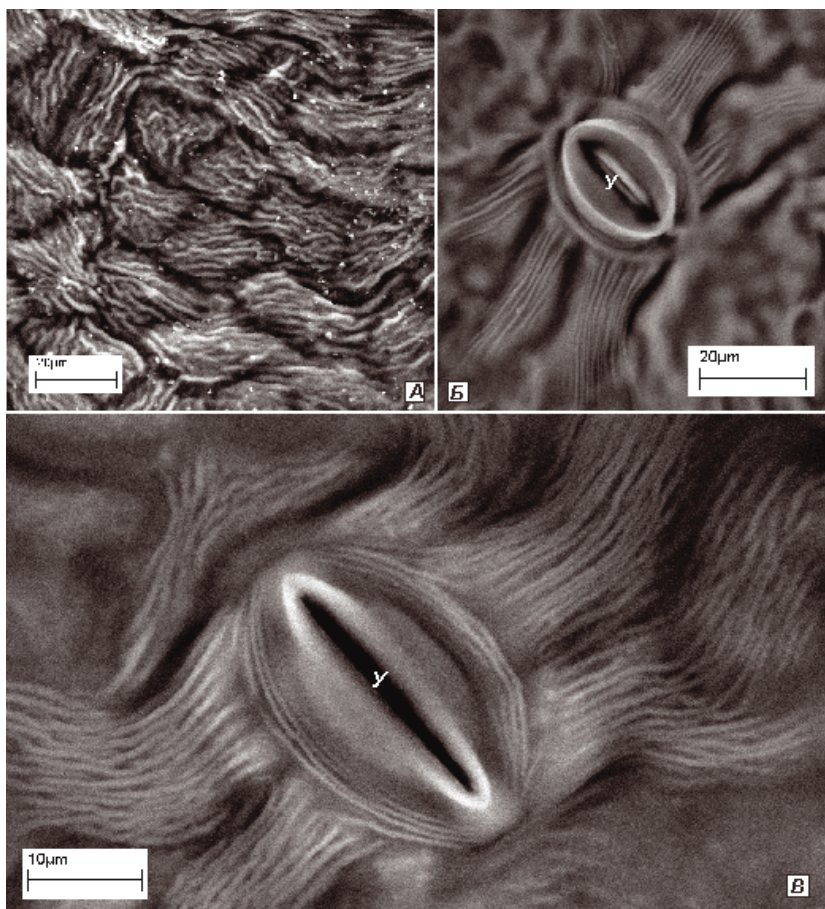


Рис.1. Адаксиальная (А) и абаксиальная (Б, В) поверхность листьев: А, Б – *Mespilus L.* (370 м); В – *Malus Mill* (1650 м). Обозначение: у – устьице.

По всей видимости, закономерно повторяющийся у листьев изученных представителей *Maloideae* микрорельеф поверхности эпидермы генетически детерминирован, а выявленные качественные и количественные различия обусловлены функциональной нагрузкой и носят приспособительный характер.

Сканирующая электронная микроскопия как метод изучения особенностей агробактериальной трансформации мицелия вешенки обыкновенной

А.В. Лавлинский, Ю.В.Смирнова, В.Н. Попов.

*Воронежский государственный университет
г. Воронеж, Университетская пл., д.1.*

Одним из высокоинформативных методов изучения поверхности биологических объектов на микроскопическом уровне используют метод сканирующей электронной микроскопии. Учитывая, что живые биологические объекты содержат значительное количество воды в своих клетках, необходимо учитывать данное обстоятельство при изготовлении микропрепаратов для просмотра в сканирующий электронный микроскоп. Особо важным моментом является просмотр препаратов с максимально возможным сохранением их морфологической структуры в условиях вакуума.

Целью нашей работы явилось наблюдение процесса совместного культивирования мицелия гриба вешенки обыкновенной (*Pleurotus ostreatus*) и культуры агробактерий (*Agrobacterium tumefaciens*) на субмикроскопическом уровне. Для нашей работы использовался сканирующей электронный микроскоп JSM-6380 LB (фирма JEOL, Япония). Данная модель микроскопа позволяет использовать как режим высокого (80 Па), так и низкого вакуума (до 40 Па). Препараты изучаемых объектов просматривались как в нефиксированном нативном состоянии, так и после напыления на поверхность препарата тонкой пленкой из золота (Au) в условиях вакуума.

При просмотре препаратов без напыления в условиях низкого вакуума хорошо наблюдались морфологические структуры только при малом увеличении до 500х (Рис. 1).

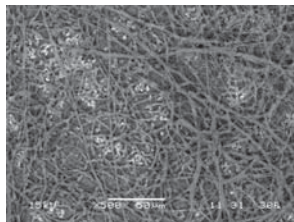


Рис. 1. Гифы мицелия вешенки обыкновенной при малом увеличении (500х).

Повышение вакуума (до 80 Па) позволило резко улучшить качество просматриваемого изображения препаратов даже при большем увеличении до 12000х. (рис.2.).

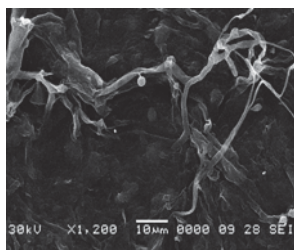


Рис.2. Гифы мицелия вешенки при большом увеличении (12000х).

Напыление золотом на поверхность изучаемых объектов способствовало значительному улучшению четкости и контрастности изображения наблюдаемых структур - большое количество органов вегетативного и бесполого размножения (анаморф и бластоконидий), что свидетельствует о хорошей физиологической активности мицелия (рис.3). Также хорошо различались клетки бактериальной культуры, при этом наблюдали особенность скопления агробактерий, агломерация их клеток вдоль гифов мицелия гриба, где, вероятнее всего, происходило взаимодействие между их клетками и процесс агробактериальной трансформации (рис.4).

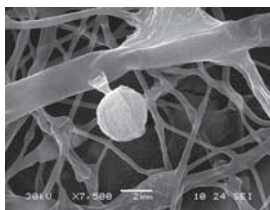


Рис.3.
Бластоконидии и анаморфы
Pleurotus ostreatus

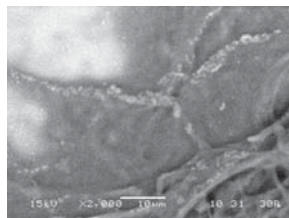


Рис. 4.
Колонии агробактериальной культу-
ры на гифах *Pleurotus ostreatus*

В результате проведенных исследований мы можем сделать вывод о том, что при приготовлении микропрепаратов из живых объектов, необходимо подбирать наиболее оптимальные условия для сохранения нативной структуры образца. В нашем исследовании наилучшим способом сохранения структуры было использование методики напыления золотом для улучшения качества изображения.

Анализ морфологии молекулярных конструкций на основе комплексов двунитевой ДНК и гадолиния с помощью атомно-силовой, конфокальной и электронной микроскопии

О.Г. Леонова, В.И. Саянов, Ю.М. Евдокимов, В.И. Попенко

Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Москва, Россия

В настоящее время молекулярные конструкции на основе биологических макромолекул рассматриваются в качестве наиболее перспективных средств доставки в клетки и ткани различных биологических субстанция, в том числе и лекарственных средств.

Для лечения злокачественных новообразований перспективным направлением является нейтрон-захватная терапия (НЗТ), в основе которой лежит реакция захвата тепловых нейтронов некоторыми нерадиоактивными элементами (например, Gd^{157}) с последующим излучением электронов и гамма-квантов. Для доставки гадолиния в клетки и ткани были разработаны наноконструкции на основе комплексов гадолиния с двухцепочечной ДНК (НК-Gd), образующей частицы жидкокристаллической дисперсии (так называемые “твердые” наноконструкции) [1,2]. Локальная концентрация гадолиния в них может достигать 40%. Для успеха НЗТ такие наноконструкции должны обеспечивать стабильно высокую концентрацию в тканях в течение длительного времени.

Культуральные среды и физиологические жидкости в организме представляют собой сложные комплексы белков, аминокислот, солей и других агентов, которые могут приводить к разрушению НК-Gd. В данной работе исследована морфология и стабильность НК-Gd в культуральной среде DMEM+ и 2 mM фосфатном буфере с помощью атомно-силовой, конфокальной и просвечивающей электронной микроскопии.

Интактные частицы НК-Gd имеют вид округлых частиц размером около 0.5мкм (Рис.1а). В DMEM+ и 2 mM фосфатном буфере частицы НК-Gd разрыхляются, образуя «пушистые» электронноплотные структуры из мелких гранул, соединенных короткими тяжами (Рис.1b-d). Такие структуры остаются стабильными на протяжении длительного времени (не менее 144 ч). Они сохраняют высокую электронную плотность, что свидетельствует о том, что атомы Gd остаются связанными и после «разрыхления» НК-Gd. Этот вывод был подтвержден и в опытах по динамике выживания клеток в присутствии НК-Gd [3]. В модельных экспериментах на клетках *CHO* показано, что изменение морфологии частиц НК-Gd в DMEM+ не препятствует их эффективному использованию в НЗТ. (Частично финансировано грантом РФФИ 15-04-06449а)

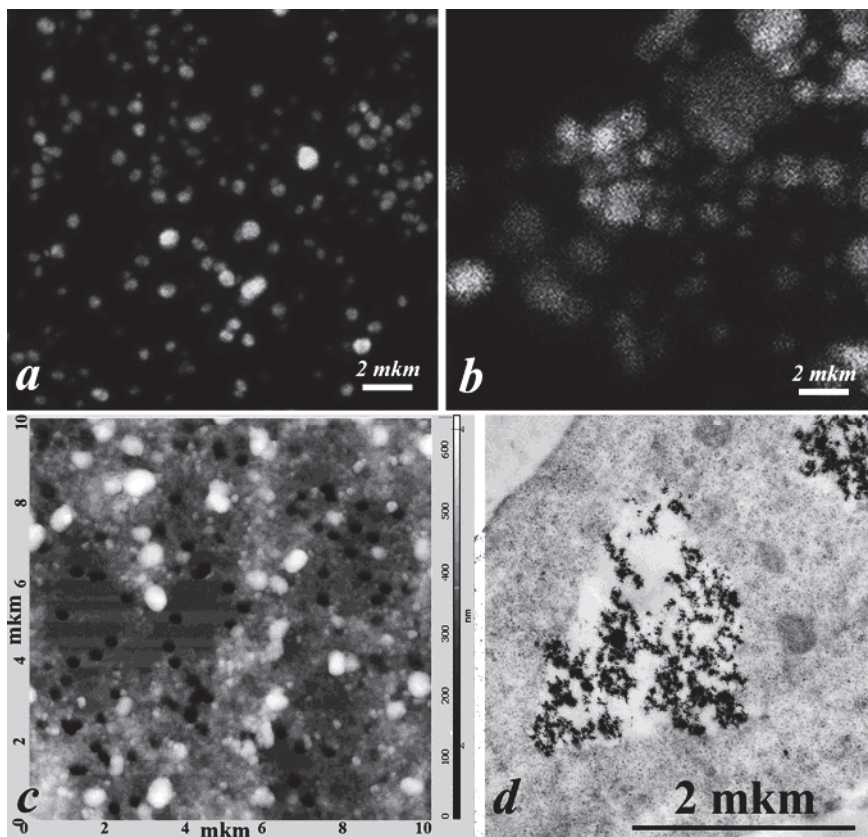


Рис. 1. *a, b* – intactные частицы НК-Gd (*a*) и такие же частицы в 2мМ фосфатном буфере (pH 7.2), окрашенные SybrGreen. Конфокальная микроскопия (Leica TCS SP5, Leica). *c* – Атомно-силовая микроскопия частиц НК –Gd, нанесенных на мембранный фильтр (Solver 47Pro, НТ-МДТ). *d* – Ультратонкий срез НК-Gd, находившихся в течение 12 часов в культуральной среде DMEM+с клетками *CHO* (Электронный микроскоп JEM-100CX, JEOL).

1. Yevdokimov Yu.M., Salyanov V.I., Kondrashina O.V., Borshevsky V.I., Semenov S.V., Gasanov A.A., Reshetov I.V., Kuznetsov V.D., Nikiforov V.N., Akulinichev S.V., Mordovskoi M.V., Potashev S.I., Skorkin V.M. 2005. Int. J. Biol. Macromol. 37, 165–173.
2. Yevdokimov Yu.M., Salyanov V.I., Akulinichev S.V., Skorkin V.M., Spirin P.V., Orlova N.N., Popenko V.I., Prassolov V.S. 2011. J. Biomat. Nanobiotech. 2, 281–292.
3. Попенко В.И., Леонова О.Г., Сальянов В.И., Орлова Н.Н., Спиринов П.В., Прасолов В.С., Евдокимов Ю.М. 2013. Молекулярная биология 47, 853–860.

Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия в изучении феномена формирования ДНК-содержащих микрочастиц в ходе ПЦР

А.В. Мачулин¹, В.В. Сорокин², А.С. Шебанова³, В.Н. Данилевич⁴

¹ Институт биохимии и физиологии микроорганизмов РАН,

г. Пушкино, Московская обл., Россия

² Институт микробиологии им. С.Н. Виноградского РАН, г. Москва, Россия

³ Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

⁴ Институт биоорганической химии им. М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН, г. Москва, Россия

Ранее описано явление формирования ДНК-содержащих микро- и наночастиц (MPs и NPs) в процессе ПЦР. С помощью просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии (ПЭМ и СЭМ) выявлена необычная и уникальная морфология микрочастиц. Показано, что они состоят из большого числа пересекающихся дисков (сегментов дисков) нанометровой толщины (30-40 нм), организованных в трехмерные структуры в форме сфер или эллипсоидов. Химический состав микрочастиц, равно как и механизм их формирования оставался однако неясным. В настоящей работе исследован механизм формирования MPs, в частности, изучена роль пирофосфата – побочного продукта ПЦР, и катионов Mg^{2+} в этом процессе.

В ПЦР экспериментах с термостабильной пирофосфатазой Tli мы показали, что пирофосфат является необходимым и обязательным компонентом MPs – в присутствии этого фермента микрочастицы не образуются. Окончательно роль пирофосфата была установлена в опытах по термоциклированию водных и буферных растворов, содержащих Na-пирофосфат ($NaPPi$) и $MgCl_2$. Как оказалось, при термоциклировании растворов, содержащих только эти две соли (без ДНК-полимеразы) также образуются микрочастицы, они состоят из нерастворимого Mg-пирофосфата. С помощью СЭМ мы показали, что MPs из неорганического Mg-пирофосфата состоят из различного числа пересекающихся дисков (сегментов дисков). По принципу строения (по своей морфологии) они схожи с теми MPs, которые нарабатываются в ходе ПЦР. Размеры микрочастиц зависят от концентрации Na-пирофосфата и $MgCl_2$ и варьируют в пределах от 10 мкм до 0.25 мкм.

Методом дифракции электронов установлено, что микродиски из неорганического Mg-пирофосфата и диски, образующиеся в ПЦР, имеют кристаллическое строение и при этом дают сходные дифракционные картины. Микрочастицы из Mg-пирофосфата могут включать в свой состав dNTPs, праймерные олигонуклеотиды и ДНК. При этом добавки вышеуказанных компонентов в раствор для термоциклирования усложняют и разнообразят

морфологию образующихся MPs. Таким образом, необычная и сложная морфология ДНК MPs, образующихся в ходе ПЦР, детерминирована уникальным свойством Mg-пирофосфата – формировать надмолекулярные кристаллические структуры при термоциклировании. Полученные данные проливают свет на молекулярный механизм конденсации ДНК в ходе ПЦР. Мы предполагаем, кристаллические структуры из Mg-пирофосфата служат матрицей для конденсации ДНК ампликона.

Найдены условия для наработки частиц нанометрового диапазона посредством процедуры термоциклирования. Установлено, что наночастицы из Mg-пирофосфата в процессе термоциклирования могут эффективно включать в свой состав ДНК, олигонуклеотиды и РНК. Это открывает перспективы их практического использования в качестве носителей для доставки генов в клетки эукариот.

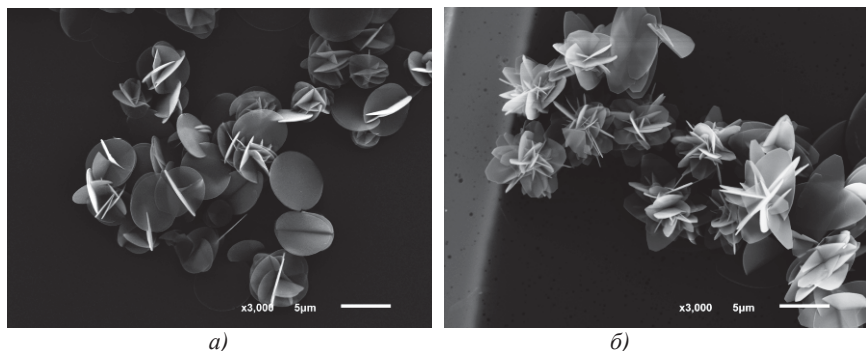


Рис. 1. СЭМ (JSM 6510-LV) снимки микрочастиц, образующихся в ходе ПЦР и при простом термоциклировании буферных смесей, содержащих MgCl_2 и Na-пирофосфат: а) микродиски и 3D MPs различной сложности, образующиеся в ходе ПЦР-амплификации последовательности ISAFel в буфере с KCl, содержащем 1.5мМ MgCl_2 в стандартном режиме (35 циклов); б) микрочастицы, образующиеся при термоциклировании 1х ПЦР буфера с $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, содержащего 1.5 мМ MgCl_2 и 0.2 мМ Na-пирофосфата. Режим термоциклирования - тот же, что и в ПЦР.

Морфолого - анатомические исследования зоны срастания прививочных компонентов абрикоса методом РЭМ

С.М. Мотылева, Г.Ю. Упадышева, М.Е. Мертвищева

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Всероссийский селекционно-технологический институт садоводства и питомниководства», 115598, г. Москва, Загорьевская 4, Россия

Несмотря на многовековую историю размножения растений способом прививки, исследования Н.П. Кренке и других ученых о сложных анатомо-биохимических процессах, протекающих при срастании подвоя и привоя [1, 2, 3], вопросы о развитии регенерационных процессов и дальнейшей жизнеспособности привитого растения остаются весьма актуальными. Принятые в садоводстве технологии прививки для известных, давно используемых культур, не всегда дают ожидаемые результаты для мало изученных новых форм и сортов. В последние годы благодаря выведению зимостойких сортов в подмосковных садах стал успешно выращиваться абрикос. Для быстрого тиражирования ценных сортов абрикоса используют клоновые подвои, хорошо зарекомендовавшие себя при размножении сливы. Вместе с тем наблюдения за привитыми растениями абрикоса в питомнике и саду показывают, что у этой культуры особенно часты случаи явной несовместимости компонентов в виде отломов по месту прививки [4]. У некоторых привойно-подвойных комбинаций несовместимость носит замедленный характер и проявляется только в саду. Поэтому для абрикоса особую актуальность имеет ранняя диагностика совместимости в питомнике, которая позволит закладывать сады долговечными комбинациями.

Цель наших исследований – изучить особенности регенерации тканей в месте срастания подвоя и привоя у различных по совместимости комбинаций абрикоса и выявить с помощью электронной микроскопии наличие каких-либо аномалий в зоне срастания у несовместимых комбинаций.

Исследования выполнены на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6010LA в режиме неполного вакуума (50 Pa). Опытные образцы брали в конце вегетации после полного срастания прививочных компонентов. Поперечные срезы в зоне срастания выполнены на санном микротоме. Предварительное напыление образцов не проводилось.

В результате исследований было установлено, что после полного срастания компонентов в зоне окулировки у комбинаций с замедленной несовместимостью с краёв прививки устанавливается нормальная сосудистая

связь, в то же время в центральной части образуется скопление мертвых тканей в виде изолирующей прослойки между древесиной подвоя и привоя. На рисунке 1б видно, что у комбинации Алёша на СВГ-11-19, характеризующейся недостаточной совместимостью в полевых условиях, в зоне прививки под почкой имеется полоска некротических тканей, сосудистая связь в центре прививки разрушена. При дальнейшем развитии привитого растения из-за механической слабости в месте срастания возможен отлом прививки. У совместимых комбинаций – Самарский и Алёша на ОД-2-3 – к моменту исследования раневая ткань полностью дифференцирована в проводящие элементы ксилемы и луба, и аномалий в месте срастания не обнаружено (рис. 1а, 1с).

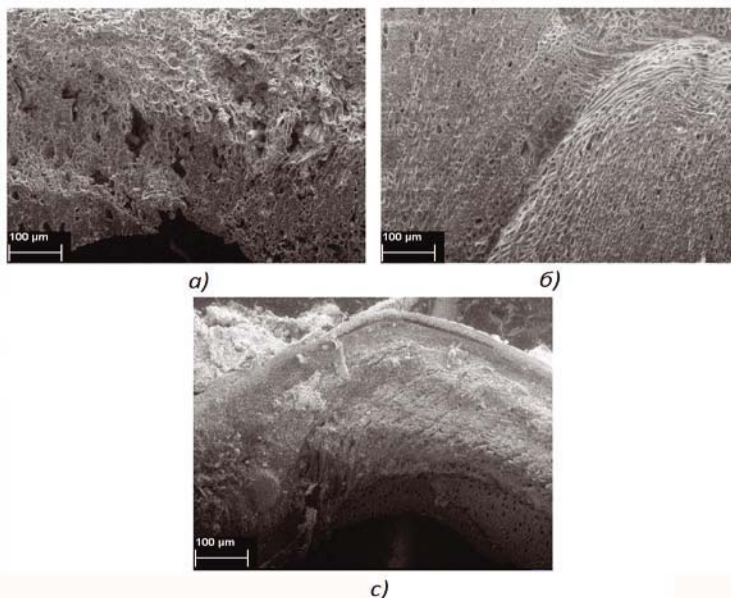


Рис. 1. Изображения РЭМ (JEOL JSM 6010-LA) срезов зоны срастания а) Алёша на ОД-2-3; б) Алёша на СВГ-11-19; в) Самарский на ОД-2-3.

Таким образом, в ходе исследований с помощью электронной микроскопии выявлены аномалии в регенерации и дифференциации тканей в зоне срастания у несовместимых комбинаций абрикоса.

1. К.Т. Кренке. Хирургия растений (Трансплантация), 1928, 657.
2. К.Т. Кренке. Регенерация растений, 1950, 676.
3. К.Т. Кренке. Трансплантация растений, 1966, 333.
4. Г.Ю. Унадышева. Плодоводство и ягодоводство России, 2013, 37, 345-351.

Изучение морфологии некоторых видов ветвистоусых ракообразных озера Тана (Эфиопия, Восточная Африка) при помощи сканирующего электронного микроскопа

А.Н. Неретина

ФГБУН Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, 119071, Москва, Ленинский проспект 33, Россия

Ветвистоусые ракообразные (Crustacea: Cladocera) – одна из наиболее массовых и очень разнообразных по внешнему строению групп беспозвоночных животных во внутренних водоемах всех континентов. Традиционно, начиная с XIX века, для изучения морфологии кладоцер используют световой микроскоп (СМ). Однако далеко не все морфологические признаки ветвистоусых ракообразных хорошо различимы в СМ, поскольку тело кладоцер объемно и относительно прозрачно. Поэтому сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) незаменим в тех случаях, когда необходимо рассмотреть детали строения поверхности животного [1].

Сейчас интересы европейских зоологов сконцентрированы преимущественно на исследовании кладоцер Голарктики, в то время как тропические регионы Земного шара, особенно Африка, изучены значительно хуже. Парадоксально, но даже для Эфиопии, одной из самых развитых африканских стран, отсутствуют надежные ключи для выявления видового состава кладоцер, и определение приходится проводить по книгам, созданным для северных территорий. Отсутствие исчерпывающих данных по морфологии некоторых видов эфиопских кладоцер не позволяет выявить набор признаков, важных для разграничения трудно идентифицируемых таксонов и описания новых видов.

Материалом для нашей работы послужили гидробиологические пробы, отобранные по стандартным методикам 27 и 28 ноября 2014 г. в Бахар-Дарском заливе озера Тана, расположенном на северо-западе Эфиопского нагорья. Непосредственно после сбора материал фиксировали 4% раствором формальдегида. В лаборатории под бинокулярном ЛОМО кладоцер поштучно выбирали из проб пипеткой на часовое стекло в каплю воды, помещали в бюксы для проводки и дегидратировали в восходящей серии концентраций этилового спирта (30%, 50%, 70% и два раза в 96% - по 30 мин. на серию), затем переносили в 100% ацетон (на 30 мин.) и гексаметилдисилазан (на 40 мин.). Далее бюксы с рачками помещали в стеклянную чашку Петри и на ночь оставляли высушиваться из гексаметилдисилазана в эксикаторе с хлористым кальцием. Высушенных животных наклеивали на алю-

миниатюрные столики при помощи двухстороннего электропроводного скотча, напыляли золотом на Giko IB-3 Ion Coater и исследовали под СЭМ Jeol JSM-840 A и CamScan.

На данном этапе нашей работы нами подробно исследована морфология 15 видов ветвистоусых ракообразных из оз. Тана. К сожалению, использованная в полевых условиях общепринятая методика фиксации не является оптимальной для всех таксонов кладоцер. Формалиновая фиксация приводит к деформированию видов с тонкими мягкими покровами (например, представителей родов *Moina* Baird, 1850 и *Diaphanosoma* Fischer, 1850), поэтому достаточно много времени приходится затрачивать на отбор из проб наименее деформированных экземпляров.

На основе полученных морфологических данных большую часть видов удалось однозначно определить по имеющимся литературным источникам (например, *Alona cambouei* Guerne & Richard, 1893, *Chydorus parvus* Daday, 1898, *Ilyocryptus spinifer* Herrick, 1882, *Leydigia ciliata* (Gauthier, 1939), *Macrothrix spinosa* King, 1853, *Moinodaphnia macleayi* (King, 1853) и др.).

Однако два таксона из исследованных пока определены нами только до уровня рода. *Camptocercus* sp. из оз. Тана наиболее близок к *C. uncinatus* Smirnov, 1971 и *C. vietnamensis* D. N. Than, 1980, однако от *C. uncinatus* он отличается по форме рострума и наличию хорошо выраженного зубца на лабруме, а от *C. vietnamensis* – по строению зубцов постанального края постабдомена и групп зубчиков на внутренней поверхности створки. Кроме того, считается, что *C. vietnamensis* населяет лотические экосистемы (реки, ручьи и др.) [3]. *Acroperus* sp. из исследованного материала сходен с двумя видами: *A. harpae* (Baird, 1834) и *A. tupinamba* Sinev & Elmoor-Loureiro, 2010 [4]. Наиболее четким признаком, разграничивающим эти три вида, является степень выраженности щетинки на среднем членике эндоподита антенны II. Не исключено, что *Camptocercus* sp. и *Acroperus* sp. могут представлять собой или таксоны, нуждающиеся в переописании, или новые для науки виды.

Автор выражает благодарность координаторам Совместной Российско-Эфиопской Биологической Экспедиции (JERBE) и сотрудникам Бахар-Дарского исследовательского центра разведения рыб и других водных организмов (Bahir-Dar Fishery and Other Aquatic Life Research Center) за помощь в сборе материала.

1. А.А. Комов. Морфология и филогения Anomopoda (Crustacea: Cladocera), М.: КМК, 2013, 6-35.
2. А.Ю. Синева. Zootaxa, 2014, 3895 (2), 183-207.
3. А.Ю. Синева. Zootaxa, 2011, 2934, 53-60.
4. А.Ю. Синева, Л.М.А. Elmoor-Loureiro. Zootaxa, 2010, 2390, 1-25.

Применение сканирующей электронной микроскопии в гидробиологии: проблемы и перспективы

А.Н. Неретина

*ФГБУН Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН,
119071, Москва, Ленинский проспект 33, Россия*

Гидробиология — это наука о жизни и биологических процессах, происходящих в воде. Гидробиология как самостоятельная научная дисциплина возникла относительно недавно, в середине XIX века [1]. К моменту становления гидробиологии классические описательные биологические науки (такие как ботаника и зоология) были уже относительно хорошо сформированы, для многих водных организмов имелись детальные описания, выполненные при помощи светового микроскопа (СМ). Поэтому гидробиология долгое время рассматривалась исследователями как преимущественно прикладная наука [1], сконцентрированная на комплексном изучении водоемов, оценке первичной и вторичной продукции и пр. При этом правильности выявления видового состава гидробионтов (с учетом накопленных на уровне СМ морфолого-систематических данных) не предавалось особого значения. Несправедливо было забыто, что установление точного видового состава водных организмов является главной предпосылкой успешного проведения большинства гидробиологических исследований.

Введение во второй половине XX века в практику биологических исследований сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) позволило исследователям получить новую информацию о деталях строения поверхности объектов [2]. Новые признаки, открытые при помощи СЭМ, например, привели к настоящей революции в систематике диатомовых водорослей [3]. С расширением рынка сбыта СЭМ планомерно росло разнообразие объектов электронно-микроскопических исследований. Постепенно в сферу таких исследований были вовлечены представители самых разных биологических специальностей и, в том числе, гидробиологи.

Перед исследователями встали определенные проблемы: выбор оптимального метода пробоподготовки и возможность доступа к оборудованию, поскольку СЭМ - дорогостоящий и относительно сложный в эксплуатации прибор, имеющийся далеко не во всех биологических лабораториях. В повседневной практике представителей классических описательных биологических дисциплин выбор конкретной схемы исследования продиктован не столько преимуществами того или иного метода, сколько доступностью реактивов и оборудования. Например, среди представителей разных биоло-

гических специальностей достаточно распространены «переоткрытия» методик пробоподготовки, когда метод, используемый при исследовании одной группы организмов, успешно применяют и для другой. Кроме того, существует довольно богатый арсенал «методических хитростей и уловок», позволяющих удешевить процесс пробоподготовки [4, 5].

Широкое использование данных СЭМ при идентификации таксонов гидробионтов породило своеобразное неравенство между исследователями. Например, поскольку современная систематика диатомовых водорослей в большей степени основана на данных СЭМ [3], то часто без использования СЭМ невозможно не только определить видовую принадлежность диатомеи, но даже выполнить определение до уровня рода. Большинство специалистов-диатомологов, имеющих доступ к СЭМ, живут и работают в крупных городах, в то время как специалисты из регионов, как правило, полностью лишены возможности исследовать диатомовые водоросли на СЭМ и вынуждены довольствоваться либо только данными СМ (и, значит, заведомо обрекать себя на неверные или неточные определения), либо менять объекты исследования. Оба этих обстоятельства в равной степени сдерживают развитие диатомологии в России.

Для ряда организмов, исследования которых при помощи СЭМ мало распространены среди отечественных и зарубежных специалистов, пока сложно полностью оценить перспективность использования данных СЭМ. Новые морфологические данные, выявленные при помощи СЭМ, представляют ценность сами по себе. Описательный период исследования морфологии на уровне СЭМ для многих групп гидробионтов только начат и время глобальных обобщений для этих групп еще не пришло.

1. А.С. Константинов. Общая гидробиология, М: Высш. шк., 1967, 5-20.
2. J.J. Bozzola, L.D. Russell. Electron microscopy: principles and techniques for biologists, New York: Jones and Bartlett Publishers, 1998, 3-239.
3. F.E. Round, R.M. Crawford, D.G. Mann. The Diatoms. Biology & Morphology of the Genera, Cambridge: Cambridge University Press, 1990, 1-747.
4. C. Laforsch, R. Tollrian. Archiv fuer Hydrobiologie, 2000, 149 (4), 587-596.
5. A.N. Neretina, O.G. Grishutkin. Материалы РКЭМ-2014, Черноголовка, Россия, 2-6 июня, 2, 616-617.

Ultrathin pathology different forms relationships parasite-host

K.O. Hovhannyan

Institute of Molecular biology of NAS RA, 0014, Yerevan, Armenia

Based on the progress of new data, we were sent on mission continued formation of ultrastructural foundations biopathology of microorganisms. In the study, it is summarized the results of our previous studies with the application of EM in the examination of rotaviruses, enteropathogen *E. coli*, *Salmonella typhi*, *Salmonella typhi* murium, *Helicobacter pylori* and *Helicobacter*-like bacteria, *Borrelia caucasica* and *Ent. histolytica* and ultrastructural particularity on their relationships with the eukaryotic cells of macroorganisms. Comparative componental studies of general objective regularities concerning pathogens and eukaryotic organisms "parasite-host" interaction have been performed taking into account one of the modern cell-biological key questions. They were performed using the organ-tissue system model of prokaryotes and protists cellular populations being on different stages. The most important constructions of immunoelectronmicroscopic studied rotaviruses were capsomers of virions in diameter of 65-70 nm (Figs. 1a), and adhesion on the surface microvilli epithelium of intestine patients (Fig. 1b). Beside enteropathogens strains of *E. coli* with adhesive characteristics there were fimbriae, which take part both to delivering plasmid, and in fastening to the other subjects and substrates, forming three-dimensional (3D) imaging fimbriae (pilli). The application of direct EM method allowed visualization of the surface of enteropathogenic *E. coli*: a large number of fimbriae was detected. Computer stereometric TEM analysis of this fimbria demonstrated that their diameter is 8-15 nm and fibers structure of external cell surface of different bacteria (*Escherichia*, *Shigella*, *Salmonella*) in diameter of ~20 nm. It was suggested a new method for study of intestinal infections "parasite-host" interactions—dry model at inbred line mice. The usage of light and electron-microscopy investigation methods allowed to reveal the peculiarities of the ultrastructural organization of epithelial layer of sterile small and large intestine model. Received data tell about the adaptation and tropism of *Salmonella* in macrophages by the way of additional layer formation on the external membrane of the cellular wall, L-transforming of bacteria and suppressing phagosomal-lisosomal activity of the host cells. Moreover, the electron microscopy study of the relationships of bacteria with intestine epithelial surfaces in macroorganisms installed other variety of intercellular contacts in the system of prokaryotes, eukaryotes, releasing the adhesion and formation of biofilms of gram-negative and *Helicobacter*-like bacteria on surfaces.

of glycocalix of epithelium mucous belly as well as enterocytes . In the cytoplasm of helicobacter-like bacteria vacuoles of volutin-polyphosphates have been revealed those may contribute to the formation of bacterial biofilms. Tick-borne as transmissible recurrent typhus agent pathogen is included in complex relationships with host at various stages an evolutionary development of invertebrates to highly developed organisms-because it is a matter of interest for the study of interaction in the system parasite-host. Both have shown the results of the research conducted with the blood, biotates liver, spleen infected chicken embryos and intestines argas tick *Ornithodoros verrucosus* Along with intact borrelia met as well as typical cells with microcapsule type and restrictive dual membranes. Light optical and electronmicroscopic study biotat –samples mucous bowel of patients of amebias revealed mosaic structural changes and the presence hematophages as well as tissue forms of *Ent. histolytica* among mass exposure and contaminant detrit . Signing the response pet dander on mucous membranes of the adhesion and the introduction entamoeba wrapped up the destruction of the microvilli of colonocytes by production of enzymes (phospholipase, acid phosphatase). In cytoplasm *Entamoeba* virus symbionts were suggested to be included in the contents of structural peculiarities of *Entamoeba* type classification. The results had shown ultrastructure cyst of *Ent. histolytica* allocated from cyst-porters, which for the first time made it possible to install remaining cells bacteria with bacteriophages , that indicates the possibility present last in a sustainable cysts and transfer them to the infected with anthrax amebias manifestation of one of the forms of ignoring an immutable law-hyperparasitism. It was shown that protists (amoebae, infusoria) could be as stock-for pathogenic microorganisms and take part in the process of self-cleaning. It is established the parasites and freeliving amoebae high level of stability regarding pathogenic microbes toxins and phospholipase. Thus, the model offered by us for interaction studying salmonella and other pathogen agents of intestinal infections with the isolated sterile intestines at experimental linear inbred of mice with normal microflora is adequate, accessible, simple: it is easy and it is widely possible to apply in laboratory practice.

Роль α C областей фибриногена в образовании фибриновых волокон по данным атомно-силовой микроскопии высокого разрешения

А.Д. Протопопова¹, Н.А. Баринов¹, Е.Г. Завьялова², А.М. Копылов²,
Д.В. Клинов¹

¹ ФГБУН НИИ Физико-химической медицины ФМБА России,
г. Москва, 119435, Малая Пироговская, д. 1а

² Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, химический факультет, г. Москва, 119991, Ленинские горы, д. 1, стр. 2

В составе молекулы фибриногена есть два крупных неструктурированных и подвижных участка – α C области. На сегодняшний день непонятны функции этих участков при свертывании крови.

Нам удалось при помощи микроскопии высокого разрешения впервые визуализировать α C области одновременно с полной доменной структурой фибриногена. Было обнаружено, что у большинства концевых D доменов имеются один или два отростка длиной 21 ± 6 нм и высотой $0,4 \pm 0,1$ нм.

Впервые был визуализирован комплекс фибриногена с тромбином, получены изображения растущих фибриновых волокон с отчетливо видимыми α C областями входящих в них молекул. Было обнаружено, что вблизи точек ветвления волокон, α C области переплетаются и, возможно, обеспечивают соединение соседних протофибрилл. Мы также наблюдали, образование коротких однотяжевых ассоциатов молекул, соединенных α C областями, и присоединение молекул фибрина к растущему волокну по одной при помощи α C областей. Подобные структуры ранее не были описаны в литературе и могут прояснить роль α C областей фибрина в свертывании крови.

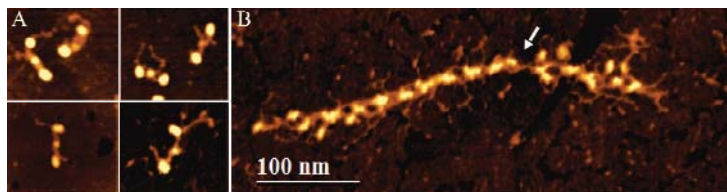


Рис. АСМ изображения молекул фибриногена (А), протофибрилла (В).

1. A.D. Protopopova, N.A. Barinov, E.G. Zavyalova, A.M. Kopylov, V.I. Sergienko, D.V. Klinov, Journal of Thrombosis and Haemostasis, 2015, doi:10.1111/jth.12785.

Анализ морфологии наночастиц из тритерпеноидов бересты с помощью атомно-силовой и электронной микроскопии

Н.В. Рукосуева¹, К.А. Овчинникова¹, А.П. Каплун¹, О.Г. Леонова²,
В.И. Попенко²

¹ *Московский государственная академия тонких химических технологий имени М. В. Ломоносова, Москва, Россия*

² *Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Москва, Россия*

Создание наноразмерных инкапсулированных форм лекарственных препаратов представляет в настоящее время огромный интерес для фармацевтической индустрии. Данные конструкты обладают рядом преимуществ перед традиционными лекарственными формами препаратов: меньшей токсичностью, увеличенным периодом полувыведения, эффектом пассивного и активного нацеливания и др.

Химия соединений, извлекаемых из березовой коры, является объектом как прикладных, так и фундаментальных научных исследований, т.к. большинство из них представляют биологически активные соединения (лекарства, биологические добавки и т.д.) с низкой токсичностью.

Лупановые тритерпеноиды, извлекаемые из бересты, и их производные демонстрируют противораковую, противомеланомную, противовирусную (анти-ВИЧ, гепатит С, вирус гриппа, герпес), противотуберкулезную и др. активности. Это означает, что включение в наночастицы, полученные из лупановых тритерпеноидов, дополнительной субстанции, обладающей одной из перечисленных активностей, может привести к суммарному положительному эффекту. Однако медицинское применение лупановых тритерпеноидов ограничено из-за низкой растворимости (< 1 мкг/мл в воде). Среди основных способов солюбилизации плохо растворимых лекарств можно выделить инкапсулирование их в НЧ или получение НЧ из них.

Одним из принципиальных моментов при разработке субмикронных средств доставки является размер и форма получаемых наночастиц. Анализ морфологии частиц нанодисперсии из тритерпеноидов коры березы проводили с использованием атомно-силового микроскопа Solver47Pro (НТ-МДТ, Россия) и просвечивающего электронного микроскопа JEM-100CX (JEOL, Япония).

Были подобраны условия [1], позволяющие получить сферические аморфные наночастицы из лупановых тритерпеноидов бересты размером 20–200 нм (Рис.1). Такие наночастицы могут быть загружены гидрофобными соединениями различной структуры (диэтилстилбестрол, доксорубин, ри-

фампицин, 3-метоксибензантрон и др.). Кинетика высвобождения лекарства из НЧ зависит не только от растворимости НЧ в жидкостях организма, но и существенным образом от распределения лекарства внутри НЧ [2,3].

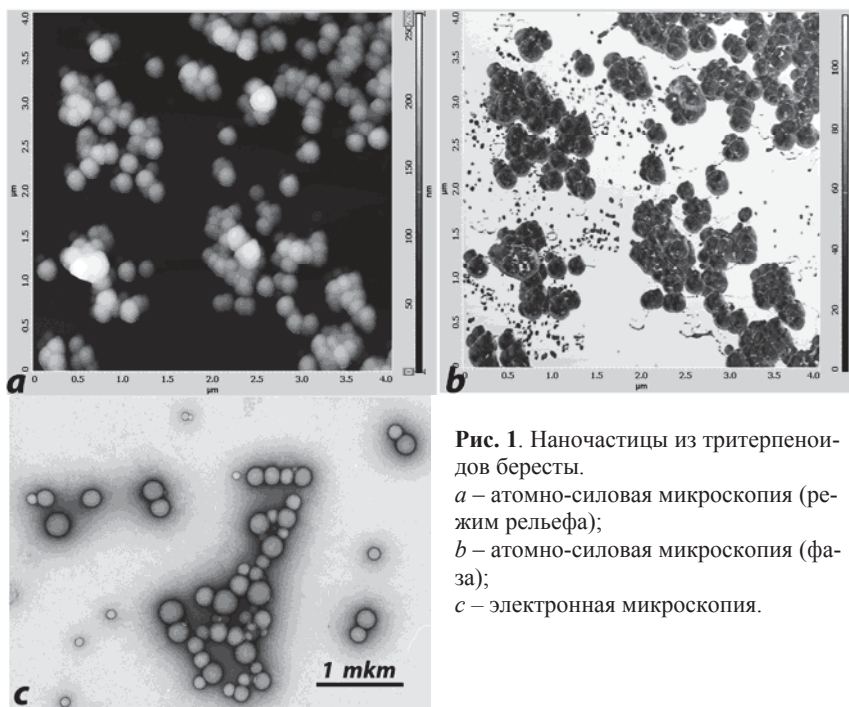


Рис. 1. Наночастицы из тритерпеноидов бересты.

a – атомно-силовая микроскопия (режим рельефа);

b – атомно-силовая микроскопия (фаза);

c – электронная микроскопия.

1. Бастрич А.Н., Красильникова В.В., Лыу Т.Н., Попенко В.И., Каплун А.П., Балакишин В.В., Преснова Г.А., Чистяков А.Н. 2008. Биотехнология. 6:51-59
2. Красильникова В.В., Пахарькова Н.И., Попенко В.И., Каплун А.П. 2008. Вестник МИТХТ. 3(5):85-89
3. Хлебников В.К., Богуславский Л.И., Попенко В.И., Каплун А.П., Швеи В.И. 2010. Российские нанотехнологии. 5(9-10):137-141

Секреторные процессы в эмбрионном каллусе гречихи татарской

Н.И. Румянцева¹, В. Г. Евтюгин², В.В. Сальников^{1,2}, Ю.Н. Осин²

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Казанский институт биохимии и биофизики Казанского научного центра РАН, 420111,

г. Казань, Лобачевского 2/31, Россия

² Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования Казанский (Приволжский) федеральный университет, г. Казань, Кремлевская 18, Россия

Наличие проэмбриогенных масс (ПЭМ), или проэмбриональных клеточных комплексов (ПЭКК) – характерная черта большинства эмбриогенных культур. Поддержание нодулярного морфотипа в эмбриогенных каллусах гречихи татарской *F.tataricum* (L.) Gaertn. реализуется через повторные циклы, состоящие из разрыхления предсуществующих ПЭКК и формирования новых, "дочерних" ПЭКК из отдельных клеток "родительских" ПЭКК. Такой цикл в каллусной культуре составляет 9-11 дней. Разрыхление ПЭКК сопровождается экзоцитозом и накоплением в среде культивирования каллуса и на его поверхности полисахаридов и белков с максимумом на 3-4 сутки культивирования (Румянцева и др., 2004). Согласно хроматографическому анализу и иммуноблоттингу со специфичными антителами преобладающими экстраклеточными полисахаридами у гречихи татарской являются пектины, представленные рамногалактуронаном I, галактаном и полигалактуронаном (Ибрагимова и др., 2013). Присутствие пектиновых полисахаридов в среде культивирования, вероятно, обусловлено растяжением клеточных стенок и солюбилизацией срединных пластинок. Помимо полисахаридов в среду культивирования секретируются белки и ферменты, которые могут выполнять защитные, регуляторные, нутритивные функции. Цель нашей работы состояла в электронно-микроскопическом изучении поверхности ПЭКК эмбрионного каллуса гречихи татарской при активации в нем процессов экзоцитоза.

Используя СЭМ, мы провели сравнительное исследование клеточной поверхности отдельных ПЭКК эмбрионного каллуса до пересадки их на новую среду и на 3 сутки культивирования после пересадки (стадия наиболее сильной секреторной активности). Показано, что на 3 сутки культивирования размеры поверхностных клеток ПЭКК стали больше, что свидетельствует об их растяжении. Размеры межклетников также значительно увеличились, что, вероятно, обусловлено солюбилизацией срединных пластинок, приводящей к разрыхлению ткани. На поверхности клеток ПЭКК выявлена фибриллярная сеть, по-видимому, образованная секретируемыми

пектинами. Фибриллы различной толщины находятся на поверхности клеток ПЭКК, а также в межклетниках (Рис.1а). Важно отметить, что помимо фибриллярных образований на поверхности ПЭКК были обнаружены многочисленные округлые структуры, везикулярной природы, размер которых варьировал от 30 до 500 нм (Рис.1б). Количество везикул, также как и количество фибриллярных образований увеличивалось на 3 сутки культивирования и коррелировало с максимальным накоплением полисахаридов и белков в среде культивирования. Нами показано, что жизнеспособность клеток каллуса на 3 сутки культивирования не изменяется, поэтому можно предположить, что везикулы секретируются через поры клеточных стенок на поверхность каллуса. Сделано предположение, что везикулы могут представлять аналоги секретируемых микровезикул, участвующих в межклеточной коммуникации клеток животных, как *in vitro*, так и *in vivo*.

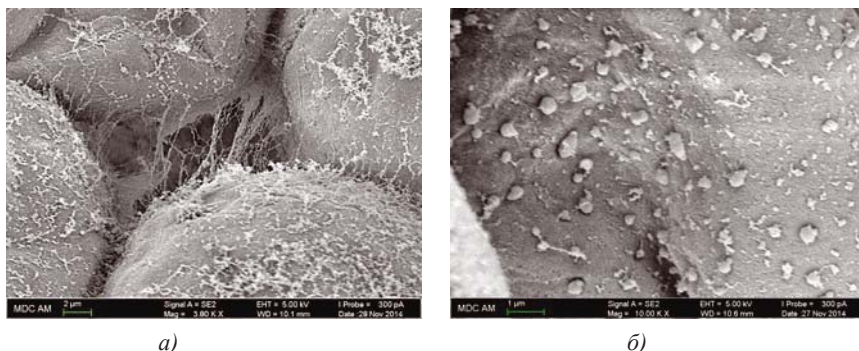


Рис. 1. Изображения СЭМ (Carl Zeiss Merlin): а) фибриллярные структуры на поверхности клеток и в межклетниках ПЭКК каллуса гречихи татарской, 3 сутки культивирования; б) везикулярные структуры на поверхности клеток ПЭКК каллуса гречихи татарской, 3 сутки культивирования.

Электронно-микроскопические исследования выполнены на базе Междисциплинарного центра «Аналитическая микроскопия» КФУ.

1. Н.И. Румянцева, А.Н. Акулов, А.Р. Мухитов. Прикладная биохимия и микробиология, 2004, 5, 571-578.
2. Н.Н. Ибрагимова, А.Н. Акулов, Т.А. Горшкова, Н.И. Румянцева. Сборник статей X Международной конференции «Биология клеток растений *in vitro* и биотехнология», Казань, Россия, 14-18 октября 2013 г., с. 42-46.

Ультраструктурные особенности различных типов карциноидов легкого человека

Е.А. Смирнова, Н.Т. Райхлин, И.А. Букаева

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Российский онкологический центр имени Н.Н. Блохина», 115478, г. Москва, Каширское шоссе, 24

В легочной ткани имеется два типа нейроэндокринных клеток. Первый тип нейроэндокринных клеток распределяется диффузно поодиночке в слизистой оболочке бронхов. Эти клетки энтодермального гистогенеза. Второй тип нейроэндокринных клеток образует в бронхах скопления – так называемые нейроэпителиальные тельца, в которых наряду с нейроэндокринными клетками имеются и клетки эктодермального гистогенеза, характерные для параганглиев. В связи с вышесказанным задачей данной работы является исследование гистогенеза карциноидных опухолей легких. Материалом для исследования послужило 40 карциноидов легкого, которые в зависимости от ультраструктурного строения опухолевых клеток были разбиты на две группы: в первую группу вошло 34 опухоли, во вторую – 6. Результаты. Первая группа. Опухолевые клетки имеют сходное между собой строение, форму и размеры. Ядра расположены в центре клеток, крупные, округлые, содержат гетерохроматин, мелкие ядрышки. В цитоплазме умеренное количество митохондрий, гладкий и гранулярный эндоплазматический ретикулум. Во всех клетках встречаются эндокринные гранулы с плотным центром и окруженные мембраной. Клетки плотно прилегают друг к другу, имеются десмосомы. В отдельных участках можно видеть различного диаметра железистые каналцы с микроворсинками. Вторая группа. В карциноидах этой группы встречается два типа опухолевых клеток. Клетки первого типа (их большинство) имеют ультраструктурные признаки нейроэндокринных клеток. Как и в первой группе, они содержат в цитоплазме нейроэндокринные гранулы, но более мелкие, чем в первой группе. Клетки второго типа различной формы: вытянутые, овальные полиморфные. Они образуют многочисленные длинные отростки, содержащие микротрубочки. Нейроэндокринные гранулы в этих клетках отсутствуют или единичные. Железистых каналцев нет. Опухолевые клетки второй группы сходны с клетками нейроэпителиальных телец. Таким образом, проведенное электронно-микроскопическое исследование дает основание полагать, что карциноиды легких могут быть разного гистогенеза, что подтверждается работами Min K-W.(1,2). Карциноиды первой группы гистогенетически связаны с нейроэндокринными предшественниками энтодермального происхождения. Карциноиды второй

2. Min K-W. Spindle cells carcinoids of the Lung with paraganglial features: a reappraisal of their gistogenetic origin from paraganglia using immunohistochemical and electronmicroscopic techniques. *Ultrastruct Pathol.* 2001; 25,207-217.

Ультраструктура сперматозоидов, как отражение и результат эволюции пресноводных моллюсков

Е.В. Солдатенко¹, А.Б. Шатров²

¹ ФГБОУ ВПО «Смоленский государственный университет»,
214000, г. Смоленск, Пржевальского 4, Россия

² ФГБУН Зоологический институт РАН,
199034, Санкт-Петербург, Университетская наб. 1, Россия

Пресноводные легочные моллюски (неформальная группа Basommatophora) – большая группа гидробионтов, которые широко распространены в пресных водах всех континентов и участвуют в жизненных циклах паразитических трематод в качестве промежуточных хозяев. Хотя предпринимались многочисленные попытки разобраться в таксономических и филогенетических связях внутри группы [Thiele, 1931; Soos, 1935; Baker, 1945; Zilch, 1959; Taylor & Sohl, 1962; Старобогатов, 1967; Hubendick, 1955, 1978; Wu, 1972; Piechocki, 1979; Burch, 1989; Nordsieck, 1992; Brown, 1994; Glöer, 2002; Paraense, 2007; Albrecht, Kuhn & Streit, 2007] вопрос по-прежнему, остается дискуссионным. Комплексные исследование строения сперматозоидов позволяют выявить важные дополнительные диагностические признаки, которые невозможно получить без РЭМ и ТЭМ микроскопии.

В ходе работы были исследованы сперматозоиды у 20 видов сем. Planorbidae, 2 видов сем. Lymnaeidae и 1 вида сем. Ancyliidae (Рис. 1). Для исследования в РЭМ применяли методику приготовления сухих препаратов на покровных стеклах. После промывания и высушивания на воздухе препараты напыляли платиной в аппарате Eiko-5, исследовали и фотографировали в РЭМ Quanta-250 при ускоряющем напряжении 5-20 кВ и первичных увеличениях до 50 тыс. Для ТЭМ-исследований сперматозоиды, извлеченные из живой особи, были зафиксированы согласно процедуре стандартной двойной электронно-микроскопической фиксации в растворах глутаральдегида и четырехоксида осмия с последующей заливкой в аралдит. Затем серийные ультратонкие срезы, приготовленные на ультрамикротоме Leica UC-6 и окрашенные уранил-ацетатом и цитратом свинца изучали и фотографировали в ТЭМ Morgagni-268D при ускоряющем напряжении 80 кВ.

Сперматозоиды у изученных видов являются типичными для Pulmonata, то есть имеют акросомальный комплекс, ядро, средний отдел, гликогеновый и концевой отделы. Однако, имеются существенные отличия в длине половых клеток, размерах и форме головного отдела (Рис. 1), существенные расхождения по количеству гликогеновых спиралей в среднем отделе (Рис. 2) и размере гликогенового отдела у изученных видов. Так, анализ

строения сперматозоидов типового вида сем. Planorbidae – *Planorbis planorbis* (конусовидная форма ядра, трубчатая акросома и четыре гликогеновые спирали) позволил получить представления о «модели» сперматозоидов этого семейства. Наибольшими отличительными признаками обладают сперматозоиды нового сем. Segmentinidae (*Segmentina nitida*, *Hippeutis complanatus* и *Polypylis semiglobosa*) – колпачковидная акросома, пластинчатая структура, наличие только двух гликогеновых спиралей, особенности гликогенового отдела. Давние дискуссии о принадлежности рода *Planorbarius* к сем. Bulinidae или сем. Planorbidae, теперь могут быть завершены. Ультраструктура сперматозоидов *Planorbarius corneus* (другая структура и форма ядра, акросома-корнет, три гликогеновые спирали среднего отдела) свидетельствует о филогенетическом родстве рода с представителями сем. Helisomatidae Нового Света.

Изучение 23 видов принадлежащих 3 семействам и анализ уже имеющихся литературных данных [de Jong-Brink, 1969; Thompson, 1973; Bogitsh, 1974; Kitajima & Paraense, 1976; Brakenbury & Appleton, 1991; Appleton & Brakenbury, 1997; Hodgson & Healy, 1998; Healy, 2001] по 15 видам позволяет по-новому взглянуть на таксономический состав Basommatophora. Полученные материалы дают основания предполагать, что общее число семейств, входящих в эту неформальную группу, возрастет с 6-7 [Hubendick, 1978; Старобогатов и др., 2004; Bouchet et al, 2005] до 12.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 15-04-05278-а с использованием оборудования ЦКП «Таксон» при Зоологическом институте РАН.

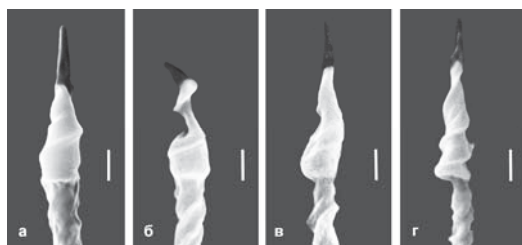


Рис.1

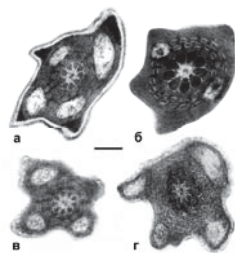


Рис.2

Рис. 1. Головной отдел сперматозоидов моллюсков Basommatophora: а – *Planorbis planorbis* (Linnaeus, 1758) (Planorbidae); б – *Segmentina nitida* (O.F Müller, 1774) (Segmentinidae); в – *Planorbarius corneus* (Linnaeus, 1758) (Helisomatidae); г – *Ancylus fluviatilis* O.F Müller, 1774 (Ancylidae). Масштаб: а-г = 1 μ m.

Рис. 2. Поперечные срезы через передний отдел средней части сперматозоидов: а – *P. planorbis* (Planorbidae); б – *S. nitida* (Segmentinidae); в – *P. corneus* (Helisomatidae); г – *A. fluviatilis* (Ancylidae). Масштаб: а-г = 0.5 μ m.

Сканирующая электронная микроскопия слизистой оболочки при полипах на фоне риносинуситов

Д.Д. Султанова, И.М. Байбеков

Республиканский специализированный центр хирургии им. В. Вахидова, Ташкент, РУз

Патогенные и условно патогенные микроорганизмы играют ведущую роль в этиологии синуситов. Они вызывают определённые структурные изменения слизистой оболочки. Наименее изученными являются структурные изменения, вызванные микотическими поражениями и, в первую очередь, грибами рода *Candida*.

Клинические наблюдения над данной группой пациентов с подтверждёнными ранее микробиологическими исследованиями наличия грибковой инфекции, как правило, *Candida*, сочетались с исследованиями биоптатов слизистой оболочки, полученных во время оперативных вмешательств с помощью сканирующей электронной микроскопии - СЭМ.

Для СЭМ ткань фиксировали в 2,5% растворе глутарового альдегида, с дофиксацией четырёхокисью осмия на фосфатном буфере, обезжизняли в спирте-ацетоне и высушивали методом критической точки в аппарате HCP-2. Напыление золотом проводили в аппарате IB-2. Препараты изучали при просмотре в электронных микроскопах JEOL JSM-6010LV и Hitachi-S405.

СЭМ полипов на фоне бактериальной и микотической инфекции показала выраженные процессы десквамации эпителия. Причём, на границе призматического эпителия выявляются скопления десквамированных клеток плоского эпителия (рис. 1), то есть имеет место проявления, так называемой squamous metaplasia (Rosai et al 2003). На светооптическом уровне эта картина может соответствовать десквамации и уплощению эпителия, наблюдаемыми при бактериальной форме риносинуситов. На полутонких срезах окрашенных метиленовым синим фуксином выявлялись структуры грибов.

СЭМ поверхности эпителиальной выстилки при риносинуситах и полипах, вызванных микотической инвазией, выявляет большое число дискрет-

ных образований, на апикальной поверхности призматических клеток, представляющих собой их микроворсинки, также на поверхности располагаются клетки крови, преимущественно эритроциты (рис. 1).

Встречаются и многочисленные отверстия, видимо, представляющие собой устья бокаловидных клеток (рис.2,3).

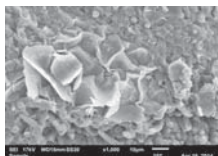


Рис.1 Десквамированные плоские клетки на границе с цилиндрическим эпителием. Бактериально-микотический риносинусит. СЭМ x 1000.

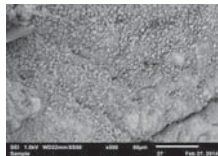


Рис.2 Дискретные округлые образования (микроворсинки) на поверхности призматических клеток слизистой оболочки. Микотический риносинусит. СЭМ x 500.

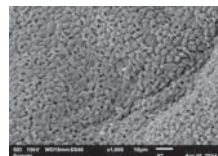


Рис.3 Округлые отверстия (устья бокаловидных клеток) на поверхности слизистой оболочки. Микотический риносинусит. СЭМ x 1000.

Генно-клеточная терапия для стимулирования нейрорегенерации при травме спинного мозга (конфокальная микроскопия)

Г.Ф. Шаймарданова, А.Р. Мухитов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Казанский институт биохимии и биофизики Казанского научного центра Российской академии наук, 420111, г. Казань ул. Лобачевского д.2/31, а/я 30, Россия

Одним из подходов стимулирования посттравматической регенерации спинного мозга является клеточная терапия. Важным критерием отбора клеток, предназначенных для трансплантации, является возможность трансфекции терапевтическими генами с высокой эффективностью их экспрессии в ткани спинного мозга реципиента. Кроме того эффективность клеточно-опосредованного подхода зависит от выбора конкретных терапевтических генов, применяемых для трансплантации. Также активно исследуют эффективность двух принципиально различных способов доставки терапевтических генов, не связанных с клеточными носителями – это доставка трансгенов при помощи вирусных и невирусных векторов.

Цель исследования: Оценить и сопоставить эффективность посттравматической регенерации спинного мозга крысы в условиях прямой и опосредованной клетками крови пуповины человека (ККП) доставки в область повреждения клонированных генов нейротрофических и ангиогенных факторов VEGF, FGF2 и GDNF.

Эксперименты проведены на половозрелых лабораторных крысах самках и самцах. После ламинэктомии и контузионной травмы спинного мозга (KTCM) на уровне T8-T9, в зону повреждения трансплантированы ККП, трансфицированные плазмидой pBud-VEGF-FGF2 и трансдуцированные аденовирусной конструкцией AdV-GDNF. При прямой генной терапии в таких же условиях инъекцированы плазмиды pBud-VEGF-FGF2 и аденовирусы AdV-GDNF. Контрольным животным вводили ККП, трансфицированные плазмидой pEGFP и ККП, трансдуцированные AdV-EGFP, генетические векторы pEGFP и AdV-EGFP.

Иммуногистохимическим методом с совместным применением специфических антител против ядер клеток человека (HNu), VEGF и клеточных ядер (DAPI) было выявлено присутствие иммунопозитивных ККП через 30 суток после травмы в сером и белом веществе на расстоянии до 1 см от эпицентра травмы в ростральном и каудальном направлениях. По свечению специфического маркера установлено, что ККП, модифицированные плаз-

мидой pBud-VEGF-FGF2, продолжают активно экспрессировать фактор VEGF.

В группах животных с введением ККП+pBud-VEGF-FGF2 и pBud-VEGF-FGF2 обнаружены клетки, экспрессирующие маркеры шванновских клеток (S100, GFAP и Krox20; P0), охарактеризованы как миелинообразующие шванновские клетки. Увеличение количества мигрирующих шванновских клеток в области повреждения, стимулирует прорастание и ремиелинизацию нервных волокон.

Иммуногистохимическое окрашивание антителами к бета-рецептору тромбоцитарного фактора роста PDGFR- β показало, что доставка терапевтических генов *veg*f и *fg*f2 усиливает васкуляризацию ткани спинного мозга. Трансплантация ККП, трансфицированных плазмидой pBud-VEGF-FGF2 увеличивает количество периваскулярных клеток, экспрессирующих PDGFR- β , на 10-15% по сравнению с контролем, а прямая инъекция плазмиды - в два раза.

Реакция с антителами на GFAP (глиальный кислый фибриллярный белок) и α -PDGFR (альфа-рецептор тромбоцитарного фактора роста) показала увеличение количества астроцитов в опытной группе животных с трансплантацией трансдуцированных ККП через месяц после травмы в 2 раза по сравнению контрольной группой без введения клеток. Установлено, что введение ККП, трансдуцированных аденовирусом с геном GDNF приводит к увеличению в 2-3 раза количества α -PDGFR⁺-олигодендроцитов во всех фиксированных зонах белого и серого вещества на расстоянии 0,5 см в rostro-альном направлении от эпицентра повреждения.

Одним из факторов, осложняющих восстановление после KTCM, является отек. Организм борется с отеком повышенной экспрессией аквапоринов в месте травмы. Мы исследовали, как влияет введение генов GDNF на экспрессию аквапорина AQP4 через 30 дней после травмы.

Форма окрашиваемых антителами против AQP4 участков соответствует форме астроцитарных отростков, указывая, что экспрессия аквапорина происходит именно в них. Интенсивность зеленого свечения существенно выше в обеих опытных группах по сравнению с контролем, особенно в ventral-ных рогах и ventro-medial-ной области ventral-ных канатиков и на периферии центрального канала. Таким образом, введение гена GDNF в зону травмы, как с помощью вирусного агента, так и опосредованно с помощью ККП, трансфицированных вирусом, поддерживает длительную экспрессию AQP4 в белом и сером веществе спинного мозга, что может являться одним из факторов, положительно влияющих на сохранность ткани и функциональное восстановление после травмы спинного мозга.

Сравнительная РЭМ морфология личинок клещей-паразитенгонов – паразитов позвоночных и беспозвоночных животных

А.Б. Шатров

ФГБУН Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Россия

Клещи-паразитенгоны (когорта *Parasitengona*) представляют собой огромную по численности группу почвообитающих и вторично-водных клещей, гетероморфные личинки которых паразитируют как на позвоночных, так и на беспозвоночных животных. При этом личинки тромбикулид (сем. *Trombiculidae*), паразитирующие на позвоночных, в том числе на человеке, служат переносчиками возбудителей опасных трансмиссивных инфекций, в частности, лихорадки цуцугамуши. РЭМ микроскопия столь миниатюрных по размерам объектов (длина голодных личинок – до 200 мкм) открывает огромные возможности в познании тонких аспектов адаптаций этих клещей к паразитизму, их эволюции и тенденций в реализации жизненной стратегии.

В ходе работы были исследованы личинки нескольких видов тромбикулид, двух видов тромбидиид из сем. *Microtrombidiidae* и двух видов водяных клещей из разных семейств (Рис. 1). Личинок высушивали методом перехода критической точки в установке Hitachi НСР-5, напыляли платиной в аппарате Eiko-5 и исследовали и фотографировали в РЭМ Hitachi S-570, Hitachi TM-1000 и Quanta-250 при ускоряющих напряжениях от 5 до 20 кВ и первичных увеличениях до 50 тыс.

Личинки краснотелок (Рис. 1А), паразитирующие на позвоночных, наиболее однообразны и просто организованы. Они имеют небольшой дорсальный щит с парой трихоботрий – органов виброрецепции, свободные хелицеры с мощным режущим пальцем и морфологически лабильный гипостом, апикальные части которого формируют факультативную присоску только во время питания на хозяине. Пальпы с хорошо развитым вершинным когтем не проникают в кожу, а остаются снаружи покровов хозяина. У наземных личинок-тромбидиид (Рис. 1В), напротив, выражен огромный полукруглый спинной щит, который в виде арки закрывает всю переднюю часть тела клеща. Он предотвращает жизненно важные органы – мозг и слюнные железы от компрессии при питании под чешуйками кутикулы насекомых-хозяев. В отличие от личинок краснотелок, у личинок тромбидиид развита постоянная присоска гипостома, имеющая сложное строение и внутреннюю кутикулярную арматуру. Пальпы у этих личинок маленькие с двухвершинным апикальным когтем и не принимают участие в питании.

Личинки водяных клещей, паразитирующие на околотовных насекомых, наиболее разнообразны по своей морфологии и, очевидно, эколого-физиологическим специализациям. Их отличает крайне разнообразно выраженный спинной щит – от очень небольшого, сходного со спинным щитом личинок краснотелок, до огромного, закрывающего все тело с дорсальной стороны (Рис. 1С). Хелицеры как правило, свободные и длинные, а их режущий палец загнут дорсально почти под прямым углом. Апикальные части гипостома морфологически выражены слабо и не формируют развитую присоску даже во время питания. Мощные латерально расположенные пальпы несут хорошо развитый коготь голени, загнутый вентрально. При этом лапка пальпы, т.е., самый апикальный членик, либо миниатюрная, либо длинная хорошо развитая. У всех рассмотренных личинок выражены две пары глаз по бокам спинного щита, а также пара органов Клапареда (уростигмы) вентрально между коксами первой и второй парой ног, служащие предположительно для регуляции водно-солевого обмена.

Рассмотренная организация личинок паразитенгон дает основания предполагать, что предки водяных клещей перешли к водному образу жизни несколькими филетическими линиями, представленными в древности на суше, и в дальнейшем специализировались в различных направлениях. Наземные паразитенгоны сохранились в небольшом числе форм, среди которых тромбидии более примитивны, тогда как краснотелки сочетают в себе исходную примитивность и вторичное упрощение.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 15-04-01203-а с использованием оборудования ЦКП «Таксон» при Зоологическом институте РАН.



Рис. 1. Голодные личинки: А – *Leptotrombidium intermedium* (Kanda, 1942) (Trombiculidae), В – *Platytrimbidium fasciatum* (Koch, 1836) (Microtrombidiidae), С – водяного клеща *Piona carnea* (Koch, 1836).

Особенности взаимодействия патогенных стафилококков разных видов с клетками культуры HT-29 по данным сканирующей электронной микроскопии

Н.В. Шевлягина¹, Л.В. Диденко, М.А. Корниенко², В.Н. Копыльцов²,
Л.А. Любасовская³, Т.В. Припутневич³, Е.Н. Ильина²

¹ ФГБУ «НИЦЭМ им. Н.Ф.Гамалеи» Минздрава России,
123098, Москва, ул.Гамалеи, 18

² ФГБУН «НИИ Физико-химической медицины» ФМБА России,
Москва, 119435, Малая Пироговская, 1а

³ ФГУ «НЦАГиП им. В.И. Кулакова» Минздравсоцразвития РФ,
117997, г. Москва, ул. Академика Опарина, д. 4

S.aureus, *S.epidermidis* и *S.haemolyticus* являются возбудителями различных гнойно-воспалительных заболеваний у человека. Эти бактерии обладают широким набором различных факторов вирулентности и патогенности, которые обеспечивают их адгезию и инвазию, формирование биопленок, продукцию токсинов и способствуют подавлению иммунного ответа человека. Характер взаимодействия патогенных для человека стафилококков в зависимости от их видовой принадлежности с клетками мишенями остается неизученной проблемой.

В связи с этим целью исследования являлось проведение сравнительного морфологического анализа взаимодействия *S.aureus*, *S.epidermidis* и *S.haemolyticus* с культурой клеток человека линии HT-29.

В исследовании использовался лабораторный штамм *S. aureus* ATCC 29213, полученный из американской коллекции типовых культур (American Type Culture Collection, ATCC), а также клинические штаммы *S. epidermidis* 36-1 и *S. haemolyticus* 39, выделенные из аутопсийного материала желудочно-кишечного тракта новорожденных. Перевиваемую клеточную линию человека HT-29, полученную из ATCC, культивировали 24 часа в питательной среде DMEM (Gibco) с 10% сывороткой (Fetal Bovine Serum, Gibco) в 5% CO₂ при 37°C до образования монослоя. К выращенному на стеклах пласту клеток HT-29 добавляли по 1 мл суспензии триптон-соевого бульона, содержащего по одному из штаммов: *S.aureus* 29213, *S.epidermidis* 36-1, *S.haemolyticus* 39. Совместная инкубация клеток HT-29 со стафилококками проводилась в течение 1, 2, 3, 24 и 48 часов при 37 и 5% CO₂. В качестве контроля использованы клетки культуры HT-29, инкубированные с 1 мл триптон-соевого бульона, не содержащим бактериальных культур

стафилококка. Все образцы подвергались фиксации 10 % раствором формалина. Перед анализом в сканирующем двулучевом электронном микроскопе Quanta 200 3D (FEI Company, USA) фиксированные образцы высушивались в течение 5 минут при комнатной температуре и напылялись слоем золота 5 нм с помощью напылительной установки SPI-MODULE Sputter Coater (SPI Supplies, USA). Анализ образцов проводился в режиме высокого вакуума при ускоряющем напряжении 10 кВ.

Клетки клеточной культуры HT-29 располагались на подложке в виде монослоя. Поверхность клеток была бугристой, они имели отростки, и выступающую ядродержащую часть, между ними выявлялся межклеточный матрикс, в котором были видны глобулярные и фибриллярные включения. Клетки контактировали между собой посредством отростков.

Инфицирование клеточного пласта выбранными штаммами стафилококка на первом этапе (1-2 часа) характеризуется адгезией бактерий к межклеточному матриксу культуры клеток HT29. Наиболее ярко адгезия проявлялась у золотистого и гемолитического стафилококков (*S. aureus* 29213, *S. haemolyticus* 39), у эпидермального стафилококка (*S.epidermidis* 36-1) она была менее выражена. В процессе взаимодействия с культурой клеток у стафилококков всех изученных штаммов происходило изменение архитектуры клеточного пласта с последующим его разрушением. Несмотря на различную способность к адгезии у изучаемых штаммов, отчетливые признаки деструкции клеточного пласта HT-29 наблюдали через 24 часа инкубации под действием любого из этих штаммов. В ходе работы была выявлена очень интересная особенность взаимодействия штамма *S.epidermidis* 36-1 с культурой клеток человека HT-29. В результате цитолитического действия *S.epidermidis* 36-1 на клетки HT-29 в течение 48 часов на поверхности стекла наблюдались «тени» клеток. Эти структуры, очевидно, представляют собой неразрушенный цитоскелет клеток HT-29. Подобная картина не наблюдалась на этом сроке в образцах клеточной культуры, инфицированной золотистым и гемолитическим стафилококками. Возможная причина этого явления – наличие у эпидермального стафилококка факторов, разрушающих, в первую очередь, матрикс, синтезируемый эукариотными клетками культуры HT-29, и менее выраженный цитолитический потенциал по сравнению с золотистым и гемолитическим стафилококками.

Таким образом, данные об адгезии и колонизации стафилококков, а также деструкции пласта клеток HT-29 под их воздействием, свидетельствуют о токсическом эффекте всех изученных стафилококков на культуру клеток HT-29.

Авторский указатель

А

Абдухалимов И.А.	482
Абдуханов И.М.	280
Абрамов К.И.	212
Аверьянов Д.В.	66
Авилов А.С.	260, 324
Авилов В.И.	16
Агеев О.А.	168, 18
Акбаева Г.М.	122
Аксенов И.Б.	186, 372
Аксенов М.С.	408
Алексеева С.А.	228
Алексеев М.В.	280
Алексеев П.А.	138
Аликин Д.О.	118, 188, 406
Алленов А.В.	348
Анатов Д.М.	506
Анашкина Н.Е.	422
Андрухович И.М.	232
Анисимов А.А.	428
Антипин Е.В.	454
Антонов А.С.	120
Антонов Е.В.	256
Аристов В.Ю.	178
Аронин А.С.	340
Арпайя Р.	386
Арсентьев М.А.	370
Артемов В.В.	190, 256, 312, 314, 56, 96
Архарова Н.А.	336
Асланов Л.А.	266, 268
Афанасенкова Е.С.	190, 192, 252
Афанасьева Л.Е.	194
Афанасьев И.Б.	418
Афонина В.С.	28
Ахмедов У.Б.	482

Б

Бабоша А.В.	506
Багров Д.В.	480
Бадрутдинов А.Р.	372
Баикин А.С.	458
Байбеков И.М.	482, 486, 532
Байбек-Палмос М.И.	486
Баймухаметов Т.Н.	320
Балушкина Н.С.	6
Барабаненков М.Ю.	196
Барабанова Е.В.	122
Барабонова И.А.	194
Баран Л.В.	124
Баринов Н.А.	522
Бархина Т.Г.	484
Батраков А.А.	364

Бахтеева Н.Д.	296
Башкиров С.А.	198
Бегучев В.П.	112
Белавцева Е.М.	428, 472
Белов Д.С.	200
Белоногов Е.К.	202
Белорус А.О.	126
Белугина Н.В.	128, 164, 176
Беляев Г.Е.	312, 314
Белякова О.А.	428
Березкина Н.Г.	190, 192, 252
Блинков И.В.	200, 376, 410
Блинов Ю.Ф.	168
Бобков А.А.	316
Бобровский А.Ю.	172
Богданович Н.Н.	6
Боднарчук Я.В.	130
Божко В.С.	300
Божко С.И.	178, 204, 300, 340
Болотов В.В.	132, 206, 208
Бондаренко А.В.	212
Бондаренко В.П.	212, 346
Бондаренко М.А.	210
Бондаренко Ю.Ю.	210
Боргардт Н.И.	100, 2, 54
Борик М.А.	214
Борисов Е.Н.	396
Босых М.А.	72
Бошенятов Б.В.	218
Брянцева Ю.Б.	504
Бубликов Е.И.	70
Бублик В.Т.	214
Бузин М.И.	472
Букаева И.А.	528
Бунин И.Ж.	422
Бурлаков И.Д.	112
Бурмистров А.А.	428, 472
Бурханов Г.С.	216
Буслаева Е.Ю.	260
Бутаев А.Х.	486
Буташин А.В.	224, 264, 292, 334
Буянов А.Л.	336

В

Ваванова С.В.	92
Валеев В.Ф.	372
Валиев Х.Х.	218
Валишева Н.А.	408
Варфоломеев И.А.	424, 476
Васильев А.В.	220
Васильев А.Л.	106, 280, 292, 296, 320, 348, 412, 6, 66, 86
Васильев В.Г.	472

Васичев Б.Н.	112
Величко А.М.	312, 314
Вергелес П.С.	294, 52, 58
Вершинина Е.В.	358
Викторов С.Д.	426
Виноградова Н.И.	274
Вирус А.А.	222
Владимиров А.А.	382
Власов В.П.	224
Волкова Н.П.	414
Волков А.В.	414
Волков А.Я.	228
Волков В.Т.	196, 282
Волков И.О.	428, 472
Волков Р.Л.	2, 54
Волк Т.Р.	130, 68
Волхонский А.О.	200, 376, 410
Воркачев К.Г.	278
Воробьев В.В.	248
Воробьева А.Е.	280
Воробьева Г.А.	190
Воробьев В.В.	226
Воронова Е.А.	120
Воронцов П.С.	470
Воротынцев И.В.	170
Вуль А.Я.	348
Вывенко О.Ф.	78
Вылегжанина М.Э.	228, 234, 390
Вяткин А.Ф.	196

Г

Габельченко А.И.	266, 268
Габечая В.В.	488
Гавриленко В.П.	20, 320
Газизова Ю.С.	480
Гайнутдинов Р.В.	128, 130, 134, 142, 158, 164, 176, 68
Галиев Г.Б.	106
Галимзянов Д.А.	102
Галиуллин Б.М.	230
Галкин Н.Г.	92
Гасенкова И.В.	232
Гатин А.К.	432, 434, 456
Гелевер В.Д.	22
Гибалина З.С.	258
Глазов А.И.	398
Голубев Е.А.	430
Голяшов В.А.	408
Гонцу А.	390
Горбачук В.В.	246
Горбенко А.П.	350
Горбунов Д.С.	328
Горбунов М.М.	494
Гордон Е.Б.	54
Горкунов М.В.	56, 96
Горнаков В.С.	340

Гостев А.В.	94
Грабов В.М.	238
Грабчиков С.С.	366
Гременов В.Ф.	198, 262, 270
Грефнер Н.М.	490
Гречишкин Р.М.	254, 272, 368
Григорьев Т.У.	348
Гришанин А.В.	328
Гришин М.В.	432, 434, 456
Громова Л.В.	490
Громов А.Л.	146
Грузинцев А.Н.	196
Губанова Г.Н.	234
Губин С.П.	260
Гуральник А.С.	92
Гуртовой В.Л.	54
Гурьев В.В.	86
Гусев Н.С.	236
Гусев С.А.	236
Гутаковский А.К.	408
Гущина Е.В.	136
Гущин М.Ю.	484

Д

Давлеткильдеев Н.А.	132
Давыдов Д.И.	274
Дакиева М.К.	506
Данилевич В.Н.	512
Данилина Е.А.	224
Данилов Ю.А.	294
Девятков И.А.	244
Делимова Л.А.	136
Демаков С.Л.	274
Дементьев В.А.	216
Демидов Е.В.	238
Демьянов С.Е.	202
Денисова А.С.	404
Денисюк С.В.	240, 310
Дергунова Е.А.	280
Дерябин А.Н.	334
Дзлизева Е.С.	350
Дидейкин А.Т.	348
Диденко Л.В.	538
Дикан В.А.	28
Дицман С.А.	94
Дмитриева Т.Г.	492
Долгий Л.Н.	212
Долгинцев Д.М.	242
Долгобородов А.Ю.	190
Должиков С.В.	394, 402
Донцов А.А.	138
Дорохин М.В.	294
Дубинец А.В.	108, 24, 290, 322, 354
Дубинец А.Н.	366
Дунаевский М.С.	136, 138
Дягилев Д.В.	382

Е-Ё

Евдокимов Ю.М.	510
Евстафьева Е.Н.	244
Евтюгин В.Г.	246, 526
Ежов А.А.	56
Елисеев А.А.	220
Еремеев А.П.	164
Еременко В.Г.	294, 58
Ермаков М.А.	248
Ермолаева О.Л.	140
Ермоленко М.А.	350
Ефремов В.В.	416
Ёщик Д.Е.	198, 262

Ж

Жданов Г.С.	60
Жигалина В.Г.	220, 250, 252
Жигалина О.М.	190, 250, 252
Жигач А.Н.	190, 192, 252
Жихарев А.М.	28
Журавлева Т.С.	148, 308
Журавлев О.Е.	254

З

Заблюцкий А.В.	20
Завадич Н.С.	452
Завин Б.Г.	472
Завьялова Е.Г.	522
Завьялов С.А.	148, 308
Загорский Д.Л.	158, 256, 288
Зайцева Л.В.	442
Зайцев С.В.	94
Закирова А.Р.	258
Запорожец М.А.	260
Зарецкая Е.П.	262
Захаров В.Н.	266, 268
Захаров Д.И.	28
Звонков Б.Н.	294
Здобин Д.Ю.	462
Зенкевич А.В.	142
Зимин С.П.	198
Зиновьев С.В.	494
Злобин В.А.	62
Зобенько О.А.	444
Зудина Ю.Г.	376
Зыкова М.П.	264

И

Ибадов Б.К.	498, 500
Ибрагимов Р.А.	166
Иванников П.В.	266, 268
Иванова А.Г.	296
Иванова А.И.	254, 272, 368
Иванова Е.С.	164
Иванова О.П.	148
Иванов В.А.	270

Иванов В.К.	436
Иванов В.Я.	26
Ивлев К.Е.	208
Ивлев Ю.Ф.	496
Игтисамова Г.Р.	502
Иевлев А.В.	188
Ильина Е.Н.	538
Ильин А.И.	196, 496
Ильин Н.В.	354
Ильин О.И.	18
Ионов А.М.	300
Иржак А.В.	28

К

Кабанов Ю.П.	340
Каблукова Н.С.	238
Казанский П.Р.	492
Казанцева Н.В.	274
Казьмирук В.В.	30, 32, 34, 64
Калачева Н.В.	502
Калашникова Т.А.	378, 404
Калашников В.С.	28
Калинин С.	188
Калинушкин В.П.	4
Калмыков Г.А.	6
Каминская Т.П.	222, 276
Камышинский Р.А.	348
Канарейкин А.Г.	374
Каневский В.М.	224, 264, 292, 334
Кантор М.М.	278
Канюков Е.Ю.	202
Каплунова Е.И.	272
Каплунов И.А.	368
Каплун А.П.	524
Каптелов Е.Ю.	374
Капустин А.А.	300
Карабанов Д.А.	320
Каракозов П.Е.	498, 500
Карамов Д.Д.	144
Карасев В.Ю.	350
Каратеева К.Г.	66, 86
Каратеев И.А.	280, 6, 66, 86
Карнаух И.М.	358
Карнет Ю.Н.	218
Касумов А.Ю.	282
Касумов Ю.А.	282
Кашевич И.Ф.	176
Кечиянц А.М.	262
Кийко В.М.	284, 286, 288, 302, 304, 330
Кириленко В.Г.	190
Кириллова В.М.	216
Кириллова Т.С.	36, 38, 40
Кириллов А.В.	24, 290, 322, 92
Кирсанкин А.А.	432, 456
Киселев Н.А.	220
Клевачев А.М.	292
Клечковская В.В.	336

Клименко И.В.	308
Климов Е.А.	106
Клинкова Л.А.	326
Клинов Д.В.	480, 522
Клюшников Е.С.	72
Кнотко А.В.	436
Князев Е.В.	206, 208
Князев М.А.	32
Ковальский В.А.	294
Ковалёва О.А.	424
Козлов В.В.	444, 446
Кокатов А.Н.	180, 384
Коледов В.В.	28
Колесник Э.Э.	240, 310
Колмаков А.Г.	458
Колобылина Н.Н.	296
Коломиец В.В.	70
Коломийцев А.С.	146, 298, 306
Колымагин А.Б.	224
Комаров В.А.	238
Комиссарчик Я.Ю.	490
Коновалова О.А.	502
Кононенко О.В.	300
Кононова С.В.	234
Копорулина Е.В.	422, 426
Копылов А.М.	522
Копыльцов В.Н.	538
Коренной К.С.	258
Коржов В.П.	288, 302, 304
Корниенко М.А.	538
Корнилов В.М.	144
Коробков Д.А.	424
Коровин А.Н.	348
Коровушкин В.В.	222, 276
Коротков В.В.	256
Коханчик Л.С.	68
Коц И.Н.	298, 306
Кочанов А.Н.	426
Крайнова Г.С.	354, 394, 402
Крахмальный А.Ф.	504
Криничная Е.П.	148, 308
Круглов В.С.	86
Крупатин И.Н.	244
Крушельницкий А.Н.	238
Ксенич С.В.	364
Ксенофонтова В.А.	484
Кудаева Ш.С.	444, 446
Куданович О.Н.	240, 310
Кудров Б.В.	192
Кудрявцев В.В.	134
Кузин А.А.	20
Кузин А.Ю.	20, 320
Кузнецова Т.А.	150
Кузнецов Д.К.	406
Кузьменков А.В.	266, 268
Кузьмин В.А.	438, 460
Кулебякин А.В.	214

Кулинич В.И.	70
Кумахова Т.Х.	488, 506
Кумсков А.С.	220
Купреенко С.Ю.	94
Курганов И.Г.	32, 34, 64
Курилкин М.О.	280
Кусков М.Л.	190, 192, 252
Кутин А.А.	228, 390
Кушев С.Б.	72

Л

Лавлинский А.В.	508
Лакеев С.Г.	470
Лапшин Р.В.	152, 154
Ларионов Ю.В.	74, 76
Ларичев М.Н.	312, 314
Лачинов А.Н.	144
Лашкова А.К.	176
Лашкова Н.А.	316
Лебедев-Степанов П.В.	348
Левицкий В.И.	452
Левченко Е.А.	204
Лейпунский И.А.	252
Лейпунский И.О.	190, 192
Леонова О.Г.	510, 524
Леонова Ю.О.	458
Леонов А.В.	458
Лизункова Я.С.	318
Лисицын С.А.	298, 306
Ложкин М.С.	60
Ломакин М.В.	440
Ломбарди Ф.	386
Ломонова Е.Е.	214
Лопатин С.Ю.	296
Лупашку Т.	390
Лучкин С.	188
Любасовская Л.А.	538
Ляликов А.В.	112

М

Мадаминов Д.Н.	498
Мазаев П.В.	28
Мазилкин А.А.	192, 300
Макаренков А.М.	104
Макарова Л.И.	428, 472
Макар М.М.	350
Максимова К.Ю.	142
Максимов А.И.	316
Маликов И.В.	156
Малик Н.А.	444, 446
Малышкина О.В.	122
Мальцев П.П.	106
Манаков А.А.	216
Манушкин А.А.	22
Мараева Е.В.	126
Матвеев Д.М.	358

Матвеев Ю.А.	142
Матюк В.М.	470
Мачулин А.В.	512
Маширов А.В.	28
Мезрин А.М.	288
Мекис А.П.	270
Мельников А.А.	44
Мертвищева М.Е.	514
Мехрабова М.А.	332
Мешков Г.Б.	172
Милович Ф.О.	214
Минюк П.С.	466
Миронов В.Л.	140
Миславский О.В.	484
Митюхляев В.Б.	20, 320
Михайлова О.В.	120
Михайловский В.Ю.	78
Михайлов В.И.	264
Михайлов Г.М.	156
Михеев Н.Н.	80, 82, 84
Михуткин А.А.	320, 6
Мишкин В.П.	328
Модин Е.Б.	108, 24, 290, 322, 36, 40, 92
Модин Е.Б.	366
Мозжаров С.Е.	176
Молчанов С.П.	348
Монахов А.М.	138
Морозов А.В.	158
Москалева С.В.	444, 446, 448
Мотылева С.М.	514
Мошников В.А.	316
Мунтяну Е.Г.	70
Муравьева Т.И.	158, 288
Муслимов А.Э.	224, 264, 292, 334
Мухитов А.Р.	534
Мызина В.А.	214
Мякониких А.В.	412

Н

Назаров А.М.	332
Назин С.С.	178
Найден В.В.	70
Наймарк Е.Б.	442
Налимова С.С.	126
Насакина Е.О.	458
Насибуллова Г.Р.	186
Нематулаев С.	410
Непомнящих А.И.	342
Нерадовский М.М.	406
Неретина А.Н.	516, 518
Никитин А.И.	312, 314
Никифорова Г.Г.	428, 472
Никифорова Н.А.	80
Николаев С.А.	456
Николайчик В.И.	260, 324, 326
Никулина А.А.	378, 404

Нищев К.Н.	328
Новак А.В.	160, 162
Новак В.Р.	160, 162
Новожилов Н.В.	120
Новопольцев М.И.	328
Новохатская Н.И.	284, 286, 330
Ногаев Ж.Т.	450
Нуждин В.И.	372
Нуждин Е.В.	372
Нуриев И.Р.	332

О

Обвинцев С.Ю.	370
Овчаров А.В.	86
Овчинникова Г.И.	164
Овчинникова К.А.	524
Озерин С.А.	148
Округин В.М.	444, 446, 448
Ополченцев А.М.	334
Орехов А.С.	336
Орлова Н.Н.	178, 340
Орлов В.И.	338, 400, 88
Осин Ю.Н.	226, 246, 526
Осипов В.И.	464
Осипов Н.Н.	32
Осипов П.А.	450
Осокин А.С.	312, 314

П

Павлова Л.А.	342, 452, 454
Палатников М.Н.	416
Палто С.П.	56
Панкратов А.Н.	414
Панченко В.Я.	90
Паньшина Д.Д.	436
Парфенов Д.А.	256
Парфёнов Н.М.	344
Паршина М.С.	218
Пашаев А.М.	166
Пашаев Э.М.	8
Пашков М.А.	228
Педько Б.Б.	272
Пермяков Н.В.	316
Петлицкий А.Н.	198, 212, 262, 346
Петренко Д.Е.	348
Петрова В.А.	390
Петрова Т.Ф.	200
Петров К.А.	36, 38, 40
Петров Ю.В.	236, 78
Петтерссон Х.	384
Пещерова С.М.	342
Пилипенко В.А.	212, 346
Пичкур Е.Б.	6
Плешаков А.М.	6

Плотников В.С.	108, 24, 290, 322, 354, 36, 366, 38, 92
Плутахина Е.Ю.	444
Пляшкевич А.А.	468
Поворознюк С.Н.	206
Подгорский В.В.	480
Подкопаев А.А.	32, 64
Поликарпов М.А.	90
Полилов А.А.	10
Полищук В.А.	242, 350, 396
Полищук С.В.	36, 38, 40
Польнер С.А.	484
Полякова В.В.	168
Полякова И.Ю.	164
Поляков А.Н.	352
Полянский Д.А.	354
Пономарев Ив.И.	250
Пономарев И.И.	250
Попенко В.И.	510, 524
Попов В.А.	356, 358, 360, 362
Попов В.В.	276
Попов В.Н.	508
Потапкин О.Д.	42, 44, 46
Пресняков М.Ю.	106, 296, 86
Привезенцев В.В.	364
Припутневич Т.В.	538
Прокопенко А.В.	494
Пронин В.П.	242, 374
Пронин И.П.	374
Просвиряков А.С.	358
Просеков П.А.	292
Протопопова А.Д.	522
Пулатов Д.Т.	486
Пустовалов Е.В.	108, 24, 290, 322, 366, 92
Пушкарёв С.С.	106

Р

Разгулина О.В.	462, 474
Райхлин Н.Т.	528
Ракова Е.В.	292
Раскатов В.А.	488
Раткевич Г.В.	194
Рау Э.И.	244, 94
Репкина А.А.	72
Решодько Д.П.	494
Ри Хосен.	248
Ри Э.Х.	248
Рогалин В.Е.	368
Рогов О.Ю.	56, 96
Романов А.В.	98
Росликов В.Е.	208
Рубашкина М.В.	168
Руденко К.В.	412
Рудык Н.Н.	18
Рукусуева Н.В.	524
Румбаускас В.В.	270

Румянцева Н.И.	526
Румянцев А.А.	194
Румянцев А.В.	100, 2
Русаков Д.А.	194
Русев Н.Н.	102
Рябцев С.В.	72
Рябенко А.С.	506
Рязанцева М.В.	422

С

Савицкая Т.Н.	32, 34, 64
Садовская Н.В.	370, 470
Садюфьев Ю.Г.	66
Садыгов Р.М.	332
Сазанова Т.С.	170
Сальников В.В.	526
Салаянов В.И.	510
Сарвадий С.Ю.	456
Сафарзаде А.А.	166
Сафина И.Р.	372
Сачек Б.Я.	288
Свиридова О.В.	210
Сдобняков Н.Ю.	120
Сдобырев В.В.	216
Севостьянов М.А.	458
Семенов В.Н.	178
Семущин В.В.	416
Семченко А.В.	262
Сенкевич С.В.	238, 374
Сенявин В.М.	266
Сергеев В.С.	376
Сергиенко К.В.	458
Серегина Е.В.	104
Синельников А.А.	72
Синицына О.В.	172, 428, 472
Ситанская А.В.	436
Ситников Н.Н.	28
Скибицкая Н.А.	438, 460
Скильская Е.Д.	448
Склизкова В.П.	134
Скорик Ю.А.	390
Слущкий В.Г.	434
Смирнова Е.А.	528
Смирнова Ю.В.	508
Смирнов А.И.	318, 378
Смирнов В.А.	16, 168
Смирнов М.М.	406
Смирнов Н.В.	236
Смыслов Р.Л.	336
Снегирева Н.С.	218
Соболев Б.П.	324
Созинов С.А.	382
Соколов В.Н.	462, 464, 474
Соколов Л.В.	380
Солдатенко Е.В.	530
Солдатенко С.А.	72

Соловьева А.Ю.	260
Солодилова В.В.	452
Сомов П.А.	316
Сорокина К.Л.	128
Сорокин В.В.	512
Сотникова Л.В.	382
Соцкая О.Т.	468
Спасенных М.Ю.	6
Спивак Ю.М.	126
Стебелков В.А.	440
Стеблій М.Е.	322
Стенькин Ю.А.	132, 206, 208
Степанова К.В.	180, 384
Степанова Н.Н.	274
Степанов А.Л.	226, 372
Степанов А.Ю.	382
Степанцов Е.А.	386
Степина Н.Д.	134
Степович М.А.	104, 222, 276, 352, 80, 98
Стецько Д.В.	132
Стожаров В.М.	374
Стойков И.И.	246
Столярова О.О.	158, 288
Сторчак В.Г.	66
Стрелецкий А.Н.	190
Субботникова Т.В.	466, 468
Суворова Е.И.	12
Султанова Д.Д.	532
Суханова Т.Е.	228, 234, 390
Сухоросов Д.А.	414

Т

Табачкова Н.Ю.	214, 364
Тагиев Б.Г.	166
Татаринцев А.А.	244, 94
Татарский Д.А.	236
Таюрский Д.А.	226
Тверской В.Б.	392
Тверьянович Ю.С.	396
Темирязов А.Г.	174
Терещенко О.Е.	408
Терликбаева А.Ж.	450
Тетерина А.Ю.	458
Тимошенков А.С.	344
Титов Ф.В.	382
Ткачев В.В.	24, 290, 354, 394, 92
Тодорова Е.В.	296
Тодуа П.А.	20, 320
Токмачев А.М.	66
Толстихина А.Л.	128, 134, 142, 164, 176
Толстов И.О.	94
Томаев В.В.	396, 398
Томашпольский Ю.Я.	470
Трофимов О.В.	196, 496
Трунькин И.Н.	106
Тураева Т.Л.	202

Туртин Д.В.	352
Турьгин А.П.	118, 188

У

Уваров О.В.	4
Удовиченко И.П.	480
Упадышева Г.Ю.	514
Усачев Е.Ю.	22

Ф

Федорец А.В.	366
Федорец А.Н.	108, 24, 290, 322
Федотова Е.А.	492
Федотов А.А.	18
Федотов А.Ю.	458
Феклисова О.В.	400
Фелофьянова А.В.	318
Филатова А.Г.	472
Филимонова Л.В.	428, 472
Филиппов М.Н.	20, 320, 98
Философова Т.М.	444, 446, 448
Фокина С.В.	396
Фокин Д.А.	294
Фомин Л.А.	156
Фридкин В.М.	142
Фролов А.М.	394, 402
Фёдорова Е.С.	200

Х

Хандархаева С.Е.	408
Харитонов В.А.	434
Хассель Т.	318
Хатилов С.А.	370
Хмеленин Д.Н.	252
Ходос И.И.	358
Холкин А.Л.	118, 188
Хрипунов А.К.	336

Ц

Целуйко С.С.	494
Цуканова О.Г.	16
Цыбульский В.В.	198, 212, 262, 346

Ч

Чайка А.Н.	178
Чвалун С.Н.	348
Чевакинская А.А.	378, 404
Чезанов Д.С.	118, 406
Чекмазов С.В.	300
Червонобродов С.П.	30
Черезова В.А.	492
Черков А.Г.	408
Чернев И.И.	448
Чернов М.С.	462, 474

Черногор А.В.	410
Черных А.В.	156
Чесноков Ю.М.	412
Чижик С.А.	150
Чубаров В.М.	444
Чубаров М.В.	444, 446, 448
Чубенко Е.Б.	346
Чувиллин А.Л.	252, 92

Ш

Шабельникова Я.Л.	110
Шабрин А.Д.	112
Шавкин С.В.	86
Шавров В.Г.	28
Шаймарданова Г.Ф.	534
Шаляпина А.Я.	260
Шарчилов Б.Д.	476
Шарыгина О.Н.	170
Шатров А.Б.	530, 536
Шаяхметова Р.А.	450
Шведов С.В.	198, 212, 262, 346
Шебанова А.С.	512
Шевлягина Н.В.	538
Шевченко А.А.	190
Шеляков А.В.	28
Шемерянкин А.А.	146
Шерстнев А.И.	346
Шибает В.П.	172
Шипко М.Н.	222, 276
Ширяева Т.И.	150
Шишканова К.О.	448
Шкловер В.Я.	492
Шуб Б.Р.	432, 434, 456
Шульга А.М.	180
Шур В.Я.	118, 182, 188, 406
Шут В.Н.	176
Шушакова Е.А.	414

Щ

Щербина О.Б.	416
--------------	-----

Э

Эйдельман К.Б.	364
----------------	-----

Ю

Юмашев О.Б.	218
Юрасик Г.А.	348
Юрковец Д.И.	462, 474
Юровских А.С.	274
Юрьева Т.В.	418
Юрьев В.А.	418
Юшкенас Р.Л.	270

Я

Яблокова Д.А.	444, 448
Якимов Е.Б.	110, 114, 338, 400, 48, 52, 88, 90
Якимчук Д.В.	202
Якимчук И.В.	424, 476
Яковлева Н.М.	180, 384
Яминский И.В.	172, 30, 472
Яновский Ю.Г.	218
Ярыкин Н.А.	338

В-W

Baranov A.	138
Bauer S.	80
Brisset F.	282
Chepugov A.	178
Grund C.	80
Grushko V.	178
Helbing J.	80
Hocker M.	80
Hovnanyan K. O.	520
Ko-Wei Lin	92
Krasnikov S.A.	178
Lübben O.	178
Lysenko O.	178
Mitskevich E.	178
Murphy B.E.	178
Novikov N.	178
Radican K.	178
Rojac T.	118
Shvets I.V.	178
Thonke K.	80
Tischer I.	80
Walker J.B.	118



Издательство «Богородский печатник»
142432, г. Черноголовка, ул. Ак. Осипьяна, д. 6.

Отпечатано в типографии ООО «Футурис»,
109052, г. Москва, ул. Нижегородская, д. 50.
Заказ № 16550-02, 2015 г. Тираж 65 экз.

