

XXVI Российская конференция по электронной микроскопии

и

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

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

Зеленоград • 2016

При поддержке

Российского фонда фундаментальных исследований

TESCAN
PERFORMANCE IN NANOSPACE

BRUKER

TechnoInfo

OXFORD INSTRUMENTS
The Business of Science®

ICIEF

TOMAS
TOKYO BOEKI GROUP

NT-MDT

mikron

МЕЛИТЭК
Материаловедение Аналитика Испытания

NYTEK Instruments

INTERTECH Corporation

SERNIA
СОЕДИНЯЯ НАУКУ И ТЕХНОЛОГИИ

Официальный представитель FEI
в России - компания Technoinfo
www.technoinfo.ru

FEI™

Сканирующие электронные микроскопы

- Inspect
- Quanta
- Apreo
- Verios



Двулучевые системы и системы фокусированного ионного пучка



- Scios
- Helios
- V400ACE
- Vion

Просвечивающие электронные микроскопы

- Talos
- Titan



ОСНОВНЫЕ ПРЕИМУЩЕСТВА СИСТЕМ FEI

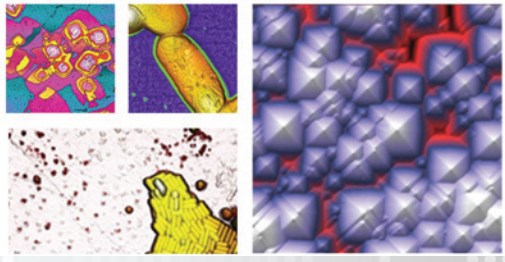
- Сверхвысокое разрешение на всех инструментах
- Уникальные запатентованные технологии
- Полностью автоматизированное управление
- Полный и современный набор программ и утилит для последующей работы с изображениями

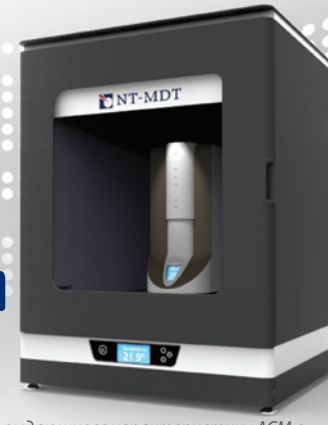
TechnoInfo

sales@technoinfo.ru
www.technoinfo.ru

NT-MDT
Your AFM & Raman Company

www.ntmdt.ru
spm@ntmdt.ru

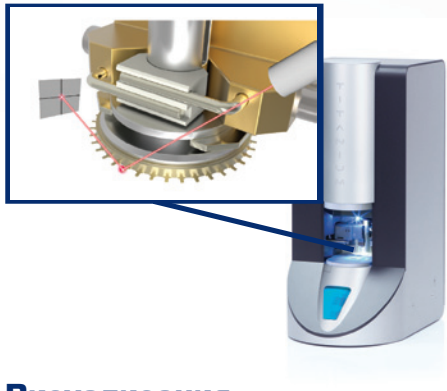




TITANIUM

Инновации в АСМ

TITANIUM объединяет выдающиеся характеристики АСМ с невероятной простотой в работе.
Высокое разрешение, продвинутые исследования свойств поверхности с применением современных методов или потоковые измерения множества образцов.
TITANIUM - оптимальный выбор!



Revolution Cartridge

Новый Revolution Cartridge с многозондовой технологией для автоматизированной смены АСМ зондов осуществляет переворот в использовании АСМ.

38 зондов в картридже
Легкая смена картриджа
Полная автоматизация работы

Визуализация с ВЫСОКИМ разрешением

НТ-МДТ - единственная компания, предлагающая АСМ методики с предельным разрешением.
Методика HybriD использует инновационный подход к точному отображению АСМ данных и представлет четкие количественные результаты в наномеханических исследованиях.
Точный контроль сил взаимодействия зонд-образец обеспечивает критические преимущества по сравнению с обычными методами АСМ.

Высокая стабильность системы, лучшие в классе показатели по дрейфу и шумам обеспечивают получение стабильно высокого разрешения.

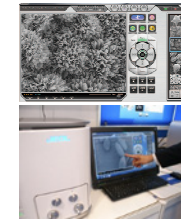
Низкий шум оптического датчика < 25 фм/√Hz
Низкий дрейф < 0.2 нм/мин XYZ

ТОКИО БОЭКИ—ОПЫТ ПОСТАВОК НАУЧНОГО И ПРОМЫШЛЕННОГО ОБОРУДОВАНИЯ С 1959 г.

КОМПАКТНЫЙ, НАСТОЛЬНЫЙ РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП JEOL JCM-6000 PLUS



- Увеличение: x10- x60 000
- Типа катода : вольфрамовый
- Ускоряющее напряжение: 5 кВ, 10 кВ, 15 кВ
- Максимальный размер образца 70 мм в диаметре и 50 мм в высоту
- Возможность работы в низковакуумном режиме



ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП JEOL JSM-IT300



- Ускоряющее напряжение: 0.3-30 кВ
- Разрешение в режиме ВВ: 3,0 нм (30 кВ)
- Разрешение в режиме НВ: 4,0 нм (30 кВ)
- Увеличение: x5- x300 000
- Типа катода : вольфрамовый или LaB_6
- Микроскоп оборудован большой камерой образцов, позволяющей исследовать образцы диаметром до 300 мм и высотой до 80 мм
- Реализована функция исследования образцов в режиме низкого вакуума
- Новая рабочая среда микроскопа удобна и интуитивно понятна



МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕРМОПОЛЕВОЙ РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП JEOL JSM-7200F



- Разрешение в режиме ВВ: 1,2 нм (30 кВ)
- Разрешение в режиме НВ: 1,8 нм (30 кВ)
- Тип катода: термополевой (Шоттки)
- Увеличение: x10- x1 000 000
- Ток пучка: 1 пА - 300 нА
- Ускоряющее напряжение: 0,01—30 кВ
- Реализована функция исследования образцов в режиме низкого вакуума
- Шлюзовая камера в стандартном комплекте



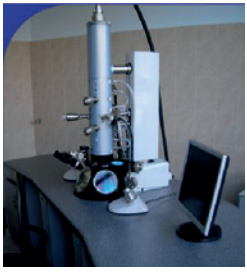
TOKYO BOEKI GROUP

ООО “Токио Боэки (РУС)”
Тел.: +7 (495) 223-40-00, Web: www.tokyo-boeki.ru

Электронно-лучевое оборудование собственного производства

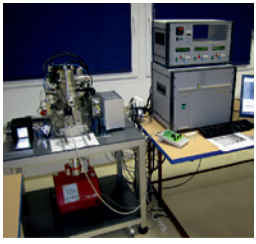
Под конкретного заказчика может быть изготовлен широкий спектр электронно-лучевого и вспомогательного оборудования

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



Прототип установлен для поиска дефектов

Предлагается современное решение «под ключ» для микроэлектроники, удовлетворяющее требованием 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.

Электронно-лучевой сварочный комплекс



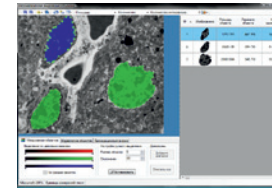
Электронно-лучевой сварочный комплекс предназначен для однопроходной сварки в вакууме по траекториям различной конфигурации металлов толщиной до 80 мм, а также проведение локальной термообработки и наплавления.

ООО «Инновационные компоненты и технологии экологически функциональные»
123458, Россия, г. Москва, ул.Твардовского, д. 8 (Технопарк Строгино)
Тел. 8 916 332 35 21 • Тел./Факс: (49652) 4-41-68
E-mail: Micro1@ rambler.ru • www. ictef.com

Анализаторы изображений и вспомогательное оборудование

Цифровая система получения и анализа изображений для просвечивающих электронных микроскопов

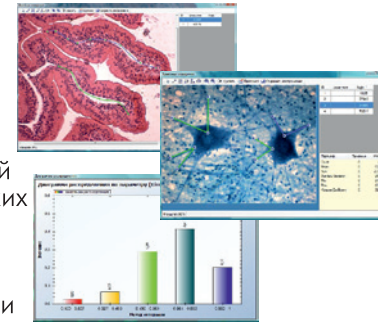




Цифровая независимая система вывода и записи изображений для РЭМ – «вторая жизнь» Вашего микроскопа

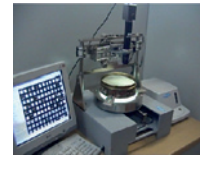
Система подключается и эксплуатируется с растровыми электронными микроскопами и электронно-лучевыми микрозондами самых различных фирм-изготовителей. Внутренний растровый генератор отключается, и управление лучом передается аппаратно-программному комплексу. Встроенное меню PC включает микроскоп на внешнее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







SERNIA
СОЕДИНЯЯ НАУКУ И ТЕХНОЛОГИИ

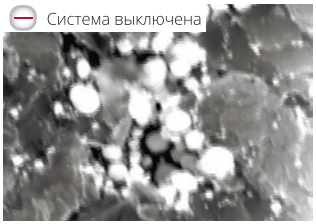
Компания «Серния» - Измерительное, аналитическое, технологическое оборудование
тел./факс: +7 495 932 92 42/44, e-mail: info@sernia.ru, web: www.sernia.ru

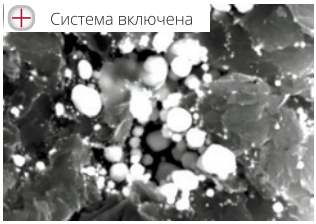
СИСТЕМЫ ПОДАВЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ПОМЕХ И ВИБРАЦИЙ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

TMC VIBRATION CONTROL

ПЛАТФОРМА ПОДАВЛЕНИЯ ВИБРАЦИЙ STACIS iX SEM-Base TMC для СЭМ

- Активная инерциальная система подавления вибраций
- Эффективность на частотах от менее чем 1 Гц
- Совместима со встроенными системами подавления вибраций







Напольная платформа

Системы активного и пассивного подавления вибраций от TMC:
Встраиваемые решения | Напольные системы | Настольные системы | Виброзащитные столы

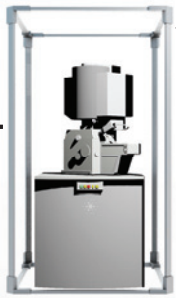
СИСТЕМА ЗАЩИТЫ ОТ ВНЕШНИХ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ Mag-NetX TMC для электронной микроскопии

- 100-кратное (типовое) улучшение
- Подавление полей постоянного тока
- Подавление полей переменного тока



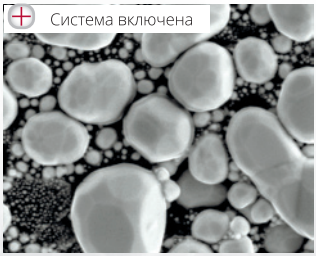
Контроллер системы

+



Катушка Гельмгольца





Типы конфигурации:
| Напольная
| Настольная
| На ножках
| Настенная

BRUKER



- 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

Nano-Analysis

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

МЕЛИТЭК
Материалография Аналитика Испытания

Москва +7 (495) 781-07-85 info@melytec.ru
Санкт-Петербург +7 (812) 380-84-85 infospb@melytec.ru
Екатеринбург +7 (343) 287-12-85 infoural@melytec.ru
Киев +38 (044) 454-05-90 infoua@melytec.ru

ПРОФИЛЬ КОМПАНИИ

www.melytec.ru

ООО «Мелитэк» более 15 лет занимается поставкой и пусконаладкой оборудования для контроля качества материалов, является официальным дистрибьютором ведущих зарубежных компаний: Struers A/S (Дания), Olympus (Япония), Emco-Test (Австрия), Nanovea (США), FEI (Нидерланды), Phenom-World (Нидерланды), Bruker (Германия), Walter + Bai (Швейцария), RUMUL (Швейцария). На базе ООО «Мелитэк» создан демонстрационный центр по внедрению и обслуживанию поставляемого оборудования, обучению пользователей.



ПРОБОПОДГОТОВКА ДЛЯ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

- Отрезные станки. Холодное отрезание без прижогов и деформаций.
- Прессы для горячей запрессовки образцов в смолу.
- Шлифовально-полировальные станки. Ручные и автоматические.
- Подготовка и исследование в «полевых» условиях.
- Оборудование для подготовки минералогических образцов.
- Оборудование для подготовки элементов электронных плат.



ФИЗИКА ПОВЕРХНОСТИ

- Нанотвердомеры. Оценка твердости слоев, модуля упругости, ползучести и упругого восстановления.
- Скрэтч-тестеры. Метод царапания.
- Трибометры. Оценка параметров износа.
- Профилометры. Трехмерные измерения.



ОПТИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ МИКРОСКОПЫ

- Полный спектр оптических микроскопов для исследования микроструктуры металлов и других материалов.
- Инновационные измерительные и лазерные сканирующие системы.
- Цифровые системы регистрации изображений.
- Универсальные системы анализа изображения для автоматической обработки данных на персональном компьютере.



ТВЕРДОМЕРЫ

- Роквелл, Виккерс, Бринелль, Кнуп.
- Нагрузки от 0,25 грамма до 3 тонн.
- Полуавтоматические и полностью автоматические системы.
- Универсальные твердомеры, сочетающие в себе возможность прямых измерений по нескольким методам.
- Специальные решения на заказ. Интеграция в промышленную линию.



ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

- Машины для статических и динамических испытаний различных материалов.
- Маятниковые копры для испытаний на ударную вязкость по методам «Шарпи», «Изод», инструментированные испытания.
- Высокочастотные (резонансные) испытательные системы.
- Стандартные модели и специальные решения для физико-механических испытаний.
- Модернизация существующей отечественной и зарубежной испытательной техники.



АНАЛИЗАТОРЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФАЗОВОГО СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

- Переносные и стационарные оптико-эмиссионные и рентгеновские анализаторы материалов.
- Анализаторы предельно низких содержаний C, S, O, H, N в твердых материалах.
- Высокая скорость и точность химического анализа и определения марки любых материалов.
- Качественный и количественный анализ кристаллических фаз, текстурный анализ и определение напряжений в материалах.

INTERTECH Corporation

ОБОРУДОВАНИЕ

ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ И НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР

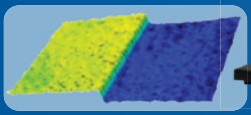


Системы микроанализа Thermo Scientific для электронных микроскопов: ЭДС, ВДС, ДОРЭ



Революционный подход Anasys Instruments: совмещение АСМ с методами ИК-микроскопии (нано-ИК) и термоанализа (нано-ТА)

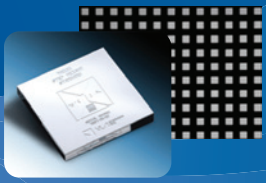
Оптические и стилусные профилометры KLA-Tencor







Полнота химической информации о поверхности и тонких пленках: рентгеновские фото-электронные спектрометры Thermo Scientific



Стандарты высоты, топографии поверхности VLSI Standards (для АСМ, РЭМ, профилометрии)



Передовые решения для исследования наноматериалов, включая микроскопию пьезоотклика: сканирующие зондовые микроскопы Asylum Research

● ПОСТАВКА ОБОРУДОВАНИЯ ● КОНСУЛЬТАЦИИ ● СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

Россия:	8-800-200-4225 (звонок бесплатный по РФ)	Украина:	г. Киев +38 (044) 230-2373
	г. Москва +7 (495) 232-4225	Беларусь:	г. Минск +375 (29) 650-5657
	г. Екатеринбург +7 (343) 217-9739	Центральная Азия:	г. Астана +7 (7172) 539235; 539296
	г. Красноярск +7 (391) 258-0923		г. Алматы +7 (727) 255-8626
	г. Новосибирск +7 (383) 335-9635	Азербайджан	г. Баку +994 (12) 489-5079

info@intertech-corp.ru www.intertech-corp.ru

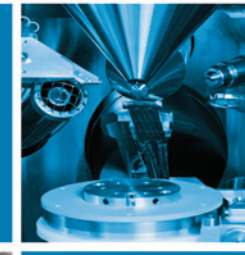
TESCAN
PERFORMANCE IN NANOSPACE



ПРИШЛО ВРЕМЯ ДЕЙСТВОВАТЬ В НАНОМИРЕ

НЕИЗМЕННО ДОСТОВЕРНО ПРОИЗВОДИТЕЛЬНО ТОЧНО

LYRA3 FIB-SEM

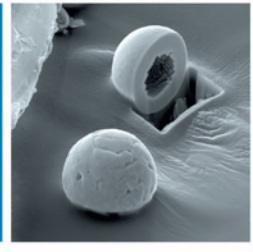


МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОСТЬ И КАЧЕСТВО ИСПОЛНЕНИЯ



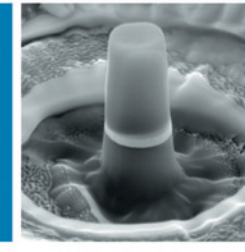
Передовой аналитический микроскоп, полная интеграция с TOF-SIMS, удобный инструмент для создания поперечных сечений, ламелей для TEM и AFM-зондов

ООО «ТЕСКАН»
Тел. +7 (812) 322-58-99
+7 (495) 374-66-77
info@tescan.ru



Совместимость с детекторами для микроанализа:

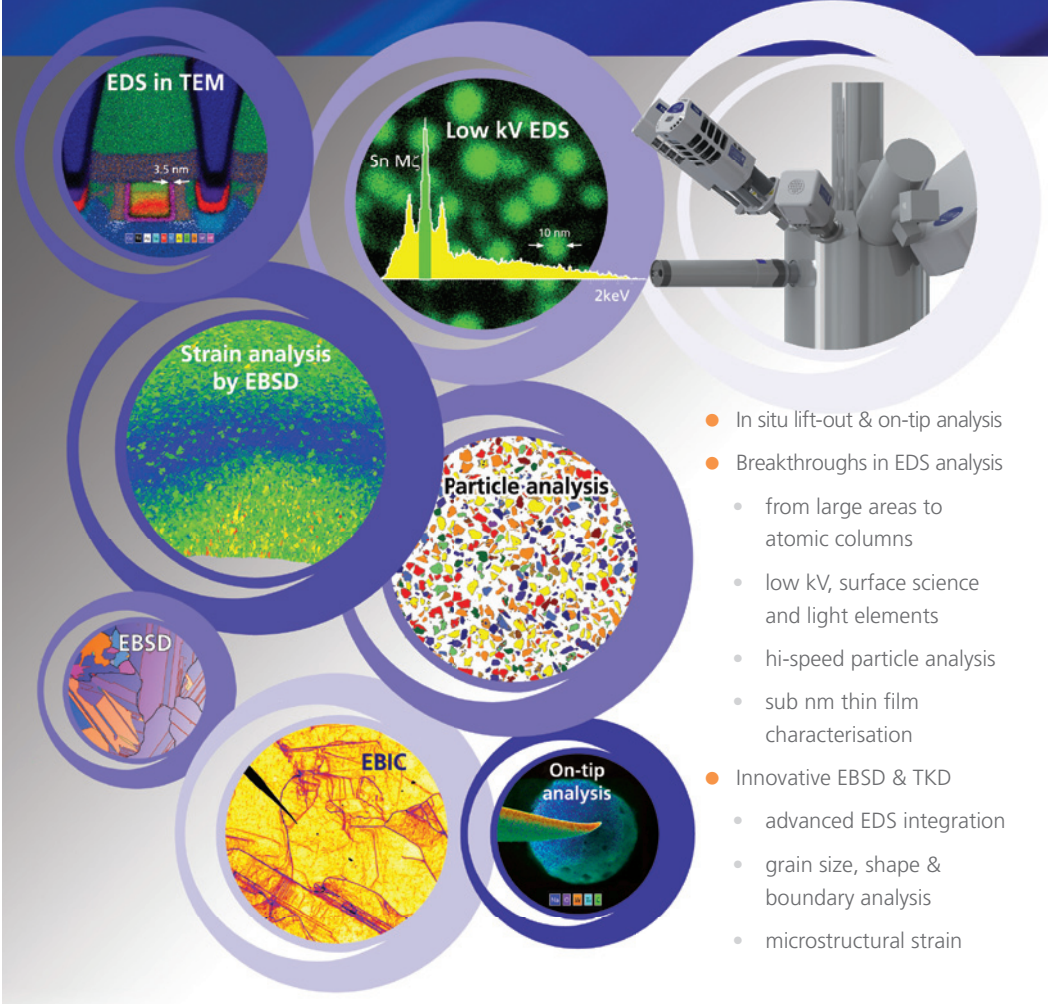
- **EDS**
- **EBSD**
- **WDS с кругом Роуланда**



INNOVATION

Pioneering Nanoanalysis Solutions

Advanced analysis capabilities for the SEM, TEM and FIB



- In situ lift-out & on-tip analysis
- Breakthroughs in EDS analysis
  - from large areas to atomic columns
  - low kV, surface science and light elements
  - hi-speed particle analysis
  - sub nm thin film characterisation
- Innovative EBSD & TKD
  - advanced EDS integration
  - grain size, shape & boundary analysis
  - microstructural strain

Download our nanoanalysis application notes:
www.oxinst.com/nanoapps

OXFORD INSTRUMENTS
The Business of Science®

РЕШЕНИЯ ДЛЯ КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ

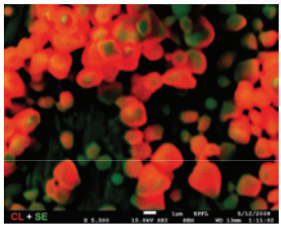
Расширьте функциональность вашего SEM возможностью спектральных измерений!

Системы серии CLUE для изучения катодолюминесценции от компании HORIBA Scientific совместимы с большинством современных SEM, а также инструментами с ионным пучком (FIB), многолучевыми системами, и легко могут быть объединены в одном эксперименте с другими приложениями микроскопии, такими, как энергодисперсионная спектроскопия (EDS) и спектроскопия наведенных токов (EBIC).

Системы серии CLUE отличает высокая эффективность сбора сигнала (апертура NA>0.8), легкость в настройке и работе, высокая скорость измерений, гибкое конфигурирование под задачи пользователя, богатый выбор опций и аксессуаров.

Системы серии CLUE полностью автоматизированы и управляются программным обеспечением HORIBA LabSpec, предоставляющим пользователю широкие возможности по настройке параметров оборудования, богатый выбор методик обработки данных, различные варианты их отображения и экспорта в нужном пользователю формате.

HORIBA Scientific





ОСНОВНЫЕ ПРЕИМУЩЕСТВА

Flex-CLUE

- Удобный компактный дизайн с оптоволоконным соединением компонентов;
- Модульная система с возможностью гибкого конфигурирования под конкретный эксперимент;
- Выбор рабочего оптического диапазона и спектрального разрешения согласно задачам пользователя.

HCLUE

- Прямое жесткое высокостабильное оптическое соединение;
- Полностью ахроматическая оптика с высокой эффективностью во всем диапазоне от УФ до ИК;
- Возможность подключать несколько детекторов с функцией быстрого картирования.

NYTEK instruments

Генеральный дистрибьютор HORIBA Scientific – АО «Найтек Инструментс»
127015, г. Москва, ул. Вятская, 70, оф. 509
тел. +7 (495) 661 0681, nytek@nytek.ru, www.nytek.ru

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

Казённое предприятие города Москвы
«Корпорация развития Зеленограда»

Мероприятие проводится при финансовой поддержке
Российского фонда фундаментальных исследований,
Проект № 16-02-20215

XXVI
Российская конференция по электронной микроскопии
и
4-я Школа молодых ученых «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов»

Тезисы докладов

В рамках Международного форума
«Техноюнити – РКЭМ-2016»

г. Москва Зеленоград, 30 мая – 3 июня 2016 г.

УДК 537.533.35

Организационный комитет

Д.В. Рощупкин – сопредседатель, ИПТМ РАН
М.В. Ковальчук – сопредседатель, НИЦ «Курчатовский институт»

В.В. Казьмирук – заместитель председателя, ИПТМ РАН
В.М. Каневский - заместитель председателя, ИК РАН

Н.Н. Гусарова – секретарь, ИК РАН

Члены Оргкомитета

А.С. Аронин,	ИФТТ РАН
А.К. Гутаковский,	ИФП СО РАН
В.В. Зайцев,	КП «КРЗ»
Л.А. Казьмирук,	ИПТМ РАН
А.В. Латышев,	ИФП СО РАН
Н.А. Осипов,	ИПТМ 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»
Н.А. Киселев – заместитель председателя, ИК РАН

Члены программного комитета

А.С. Авилов,	ИК РАН
В.В. Артемов,	ИК РАН
Н,И. Боргардт,	НИУ «МИЭТ»
Р.В. Гайнутдинов,	ИК РАН
С.А. Дицман,	ИПТМ РАН
О.М. Жигалина,	ИК РАН
В.В. Клечковская,	ИК РАН
М.А. Князев,	ИПТМ РАН
А.В. Мохов,	ИГЕМ РАН
В.И. Николайчик,	ИПТМ РАН
В.И. Попенко,	ИМБ РАН
Э.И. Рау,	ИПТМ РАН
И.И. Ходос,	ИПТМ РАН
В.А. Штейн-Марголина,	ИНБИ РАН

ISBN 978-5-89589-093-6
ISBN 978-5-89589-094-3 (Том 1)
ISBN 978-5-89589-095-0 (Том 2)

© ИПТМ РАН, 2016

Оглавление 1-го тома

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

Микроструктура границы раздела EuO/Si
К.Г. Каратеева, И.А. Каратеев, Д.В. Аверьянов, А.М. Токмачев, В.Г. Сторчак, А.Л. Васильев 2

Аналитическая электронная микроскопия и малоугловое рентгеновское рассеяние в исследовании наночастиц
Е.И. Суворова, Д.О. Шведченко, В.В. Волков. 4

Мультимасштабная объемная микроскопия как современный метод научных исследований
В.Я. Шкловер, Н.А. Артемов, Т.Г. Дмитриева, П.Р. Казанский, В.П. Загвоздин 6

Секция 1. Просвечивающая электронная микроскопия (аналитическая, низковольтная, растровая)

Формирование структурных дефектов и фаз углерода при воздействии мощных импульсных ионных пучков на многостенные углеродные нанотрубки
В.В. Болотов, Е.В. Князев, Ю.А. Стенькин 10

Высокоразрешающая электронная микроскопия пироуглеродных материалов
Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, В.Н. Кукин, А.С. Приходько 12

Зависимость структуры 1DPbTe@ОСУНТ от диаметра нанотрубок
В.Г. Жигалина, А.С. Кумсков, Дж. Слоан, А.А. Елисеев, Н.И. Вербицкий, А.Л. Васильев, Н.А. Киселёв 14

5x1 и 2x1 сверхструктура поверхности (001) Si
К.Г. Каратеева, И.А. Каратеев, Д.В. Аверьянов, А.М. Токмачев, В.Г. Сторчак, А.Л. Васильев 16

Микроструктура границы раздела EuO/Si
К.Г. Каратеева, И.А. Каратеев, Д.В. Аверьянов, А.М. Токмачев, В.Г. Сторчак, А.Л. Васильев 18

Количественный анализ поля деформации дислокацийнесоответствия на границе раздела Al/GaAs(100)
М.В. Ловыгин, Н.И. Боргардт, И.П. Казаков 20

Изучение параметров пористости стали 12Х18Н10Т после облучения в реакторе БОР-60 до дозы 150 сна
Д.Е. Маркелов, А.В. Обухов, В.С. Неустроев, Е.И. Макаров 22

ПЭМ исследование монокристаллического слоя полуполярного нитрида галлия, выращенного на Si(001) подложке
А.В. Мясоедов, А.Е. Калмыков, Л.М. Сорокин, В.Н. Бессолов 24

Электронно-микроскопические исследования атомарного строения углеродной фазы вблизи нанокристаллов карбида бора в углеситалле
А. С. Приходько, Н. И. Боргардт, М. Зайбт 26

Применение аналитических методов просвечивающей электронной микроскопии для исследования структурно–фазового состояния облученных ультратонких сверхпроводящих пленок NbN.
К.Е. Приходько, М.М. Дементьева 28

Моделирование неупругого рассеяния быстрых электронов на внутренних оболочках колонки атомов кремния в кристалле германия
Н.В. Рудич, Н.И. Боргардт, А.В. Зыков 30

Исследование температурно-временных особенностей формирования γ'-фазы в жаропрочном никелевом сплаве ЭП741НП методами ПЭМ в динамических in situ экспериментах с нагревом образца
Д.В. Рынденков, Е. Рыбанцова, П.Р. Казанский, Т.Г. Дмитриева 32

Применение дифракционных методик для определения характеристик фаз сходных по кристаллической структуре на примере фаз Q-типа в сплавах системы Al-Mg-Si-Cu
С.В. Сбитнева, Д.В. Зайцев, Н.И. Колобнев 34

Секция 2. Электронная микроскопия в исследовании новых материалов и наноструктур

Особенности структуры карбида бора после деформации в алмазных наковальнях
М.Р. Анненков, Б.А. Кульницкий, И.А. Пережогин, Д.А. Овсянников, М.Ю. Попов, В.Д. Бланк 38

Нанотвердость и структура фольги сплава Pd-Cu, созданной магнетронным распылением и конденсацией
М.С. Антонова, Е.К. Белоногов, В.М. Иевлев, А.И. Донцов, А.А. Максименко, М.Ю. Пресняков 40

Морфология, структура и свойства композитов на основе бактериальной целлюлозы *Gluconacetobacter xylinum* и нанокристаллов гидроксиапатита
Н.А. Архарова, А.В. Северин, Е.И. Суворова, А.К. Хрипунов, В.В. Клечковская . . . 42

Синтез нанокристаллов PbS в плёнках Ленгмюра-Блоджетт: атомная структура и механизм формирования
С.А. Бацанов, А.К. Гутаковский 44

Микроструктура электроосажденных прекурсоров Cu-Zn-Sn для солнечных элементов на основе $Cu_2ZnSnSe_4$
С.А. Башкиров, В.Ф. Гременок, А.В. Станчик, М.С. Тиванов 46

Спектроскопия потерь энергии электронов в материалах, полученных из фуллерена C_{60} в условиях высокого давления
В.Д. Бланк, Б.А. Кульницкий, И.А. Пережогин, М.Ю. Попов, Е.В. Тюкалова 48

In-situ исследование в просвечивающем электронном микроскопе миграции наночастиц серебра в оксиде кремния
Р.Л. Волков, Я.С. Гришина, Н.И. Боргардт, А.И. Савицкий. 50

Электронная и зондовая микроскопия пористого кремния с наночастицами серебра, полученного методом ионной имплантации
В.В. Воробьев, Ю.Н. Осин, А.И. Самохина, В.И. Нуждин, В.Ф. Валеев, А.Л. Степанов 52

Исследование наноструктуры и морфологии поверхностных слоев NiTi после ионного модифицирования Ta и Si
С.Л. Гирсова, Т.М. Полетика, Л.Л. Мейснер, Е.Ю. Шмидт 54

Исследование структуры поверхностных слоев NiTi после обработки низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП)
С.Л. Гирсова, В.О. Семин, Т.М. Полетика, Л.Л. Мейснер 56

Погружение наночастиц серебра в диоксид кремния под воздействием низкоэнергетических электронов
Я.С. Гришина, Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, А.И. Савицкий. 58

Электронная микроскопия при исследовании состава и морфологии пленок Se, полученных электроосаждением при различных типах освещения
М.Б. Дергачева, Д.С. Пузикова, В.И. Яскевич 60

Исследование свойств электроосажденных пленок CZTS
М.Б. Дергачева, К.А. Уразов 62

Структура, фазовый состав тонкой конденсированной фольги твердых растворов Pd-Cu и Pd-Ru
А.И. Донцов, А.А. Максименко, Е.А. Возгорькова. 64

Морфология поверхности и состав электроосажденных пленок CdSe, определенных с помощью микроскопа «JSM 6610 LV» фирмы JEOL
А.К. Жанабаева, Д.С. Пузикова, В.И. Яскевич 66

Аномальная асимметрия роста наностолбиков углерода на двух сторонах тонкой подложки, облучаемой сфокусированным пучком электронов
Г.С. Жданов, М.С. Ложкин, А.Д. Манухова 68

Исследование процессов кристаллизации композиций на основе сегнетоэлектрических пленок
О.М. Жигалина, Д.Н. Хмеленин, А.С. Елшин, Н.Ю. Фирсова, Е.Д.Мишина, М.Ю. Пресняков, И.П. Пронин, И.Г. Лебо, К.А. Воротилов 70

ВРЭМ и электронная дифракция для фазового анализа сверхтонких сегнетоэлектрических плёнок $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$
С.С. Зарубин, Е.И. Суворова, А.Г. Черникова, А.М. Маркеев, А.В. Зенкевич 72

Наноразмерное фазообразование и оптимизация функциональных свойств в тонких пленках двойных оксидов LaxHf1-xOy
П.Р. Казанский, Т.Г. Дмитриева, Т.П. Смирнова 74

ПЭМ исследование нитевидных нанокристаллов оксида меди
А.Е. Калмыков, Д.А. Кириленко, А.В. Мясоедов, Л.М. Сорокин, А.Е. Романов, А.А. Викарчук, М.В. Дорогов 76

Исследование микроструктуры пористых частиц $CaCO_3$, модифицированных наночастицами Ag, методами РЭМ, П(Р)ЭМ, включая электронную томографию
Р.А. Камышинский, А.А. Михуткин, Ю.М. Чесноков, И.В. Марченко, Б.В. Парахонский, Т.В. Букреева, А.Л. Васильев 78

Исследование влияния облучения быстрыми протонами на изменения микроструктуры Nb3Sn методами электронной микроскопии
И.А. Каратеев, А.В. Лунёв, А.И. Рязанов, А.Л. Васильев 80

Исследование начальных этапов роста сверхпроводящей фазы в сверхпроводниках на основе Nb3Sn методами электронной микроскопии
И.А. Каратеев, А.Л. Васильев, И.М. Абдюханов, М.В. Алексеев, А.С. Цаплева, Е.А. Дергунова, М.О. Курилкин 82

Сравнение методов бинаризации трехмерных объектов, полученных методом FIB-томографии
Т.С. Кириллова, К.А. Петров, Е.Б. Модин, Е.В. Пустовалов, Е.К. Папынов, О.О. Шичалин 84

Исследование структурных превращений в сплавах Al-Ni-Fe-La при облучении ионами углерода
Н.Н. Колобылина, Н.Д. Бахтеева, Е.В. Тодорова, А.Г. Иванова, А.Л. Васильев 86

Микроструктуры, образующиеся в тонких пленках сурьмы
В.Ю. Колосов, А.А. Юшков, Л.М. Веретенников 88

Электронная микроскопия двуслойных пленок Cu-Sb
В.Ю. Колосов, Л.М. Веретенников, А.А. Юшков 90

Влияние лазерного облучения на формы островков и структуру тонких плёнок серебра
Н.Б. Леонов, В.А. Полищук 92

Идентификация ионов Bi и Bi – кластеров в магний-алюмосиликатных стёклах с помощью растровой просвечивающей электронной микроскопии
Ф.О. Милович, Л.Д. Исхакова, М.Ю. Пресняков, С.Е. Сверчков, Б.И. Галаган, Р.П. Ермаков, А.Л. Васильев 94

Исследование локализованных в наноструктурах коллективных возбуждений электронов методами низковольтной растровой электронной микроскопии
В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров, М.В. Сапожников, О.Ф. Вывенко 96

3-D анализ наноструктурированных материалов методами FIB - томографии и обработки изображений
Е.Б. Модин, В.С. Плотников, С. Хэмон, М.-Н. Санс-Ортис, Э. Хилл. 98

Электронная и зондовая микроскопия наноструктур «анодированный алюминий на сапфире»
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Б. Колымагин, С.Н. Сульянов, В.М. Каневский, Р.Г. Валеев 100

Электронная и зондовая микроскопия эпитаксиальных пленок CdTe на поверхности сапфира
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, В.П.Власов, Ю.В.Григорьев, В.М. Каневский 102

Электронная и зондовая микроскопия кристаллических слоев на поверхности сапфира после термообработки металлических пленок на ней в различной атмосфере
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, Ю.В. Григорьев, А.Л. Васильев, А.Б. Колымагин, В.М. Каневский. 104

Микроскопическое исследование реальной структуры эпитаксиальных пленок ZnO на сапфировых (0001) подложках с буферными нанослоями золота
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Б. Колымагин, А.Л. Васильев, В.М. Каневский, А.Б.Исмаилов 106

Исследование структуры пленок высшего силицида марганца на кремнии методами электронной микроскопии
А.С. Орехов, Т.С. Камилов, В.В. Клечковская 108

Электронно-микроскопическое исследование структуры облученных образцов титанового сплава
А.С. Орехов, А.А. Никитин, С.В. Рогожкин, А.Л. Васильев 110

Особенности нанокристаллизации аморфного сплава $Al_{90}Y_{10}$ при деформации и термообработке
Е.А. Першина, Г.Е. Абросимова, Д.В. Матвеев, А.С. Аронин. 112

Метод оценки статистических характеристик пространственной структуры материалов, полученных методом FIB-томографии
К.А. Петров, Т.С. Кириллова, Е.Б. Модин, Е.В. Пустовалов, Е.К. Папынов, О.О. Шичалин 114

Применение просвечивающей электронной микроскопии для идентификации неагломерированных наноалмазных частиц в медных композиционных материалах
В.А. Попов, Е.В. Вершинина 116

Исследование структуры металломатричных композитов с упрочняющими наночастицами карбида титана, полученными “in-situ” синтезом в алюминиевой матрице при механическом легировании
В.А. Попов, А.Д. Котов 118

Применение сканирующей электронной микроскопии для изучения структуры металломатричных композитов с неагломерированными наноалмазными упрочняющими частицами
В.А. Попов 120

Исследование структуры гранул композиционных материалов, полученных с применением механического легирования
В.А. Попов, А.С.Просвиряков 122

Комплексные электронномикроскопические исследования структуры нанокомпозита PdCu/Al2O3, синтезированного вакуумной конденсацией металлов на керамической подложке с открытой нанопористостью
М.Ю. Пресняков, Е.К. Белоногов, А.Л. Васильев. 124

Лоренцева микроскопия магнитных пленок FeNi, Fe/Si/Fe и Co/Ru/Co
Е.В. Пустовалов, А.С. Гуральник, С.С. Грабчиков, А.Г. Колесников, М.Е. Стеблий, А.В. Огнев, А.С. Самардак, А.Н. Федорец, В.С. Плотников 126

Исследование структуры и фазового состава тонких пленок эквиатомного сплава Pd-Cu
Д.А. Синецкая, А.А. Синельников 128

Комплексное структурное исследование нанокомпозита состава Графен-Магнетит
А.Ю. Соловьева, Ю.В. Иони, С.П. Губин, А.С. Авилов, А.О. Баскаков, И.С. Любутин 130

Исследование микроструктуры тонких пленок $Cu_2ZnSnSe_4$, полученных электрохимическим осаждением
А.В. Станчик, В.Ф. Гременок, С.А. Башкиров, А.Н. Петлицкий, Т.В. Петлицкая, С.Н. Шашков. 132

Исследование методами растровой электронной микроскопии металлооксидных пленок, полученных из пленок цинка, олова и серебра
В.В. Томаев, В.А. Полищук, Н.С. Пщелко, Е.Г. Водкайло, Е.Н. Борисов 134

Исследование эпитаксиальных слоев низкотемпературного GaAs методами электронной микроскопии
И.Н. Трунькин, А.Л. Васильев, Г.Б. Галиев, Е.А. Климов, Р.М. Имамов, С.С. Пушкарёв, П.П. Мальцев 136

Происхождение и структура сверхтвердой фазы 3D-полимеризованного фуллерена, полученной в результате термобарической обработки
Е.В. Тюкалова, Б.А. Кульницкий, И.А. Пережогин, М.Ю. Попов, В.Д. Бланк 138

Структурные особенности многослойных пленок системы NiFe/Cu
А.Н. Федорец, Е.Б. Модин, В.С. Плотников, Е.В. Пустовалов, С.С. Грабчиков 140

Исследования микроструктуры многослойных структур Fe/Cr/Gd
Ю.М. Чесноков, А.Л. Васильев, В.В. Устинов, Е.А. Кравцов. 142

Исследования гетероструктур кремний-на–сапфире после ионной имплантации He^+ и отжига
Ю.М. Чесноков, А.Л. Васильев, П.А. Александров, С.Г. Шемардов. 144

Оценка использования новых матричных поправок в КРСМА
Е.В.Широкова, М.А. Степович 146

Изучение дефектов по глубине структуры SiC методом катодолюминесценции после ионной имплантации высокоэнергитичными ионами
В.А. Школдин, Д.Б. Шустов, Е.В. Калинина, М.В. Заморянская 148

Исследование распределения структурных особенностей карбида кремния по объему методом катодолюминесценции
Д.Б. Шустов, М.В. Заморянская 150

Секция 3. Методы электронной дифракции в исследовании материалов

Ближний порядок тонких пленок $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$
Э.Ш. Алекперов, С.А. Садраддинов, Э.С. Гараев. 154

Формирование наноразмерных включений Bi в быстрозатвердевших фольгах сплавов системы Sn-Bi
О.В. Гусакова 156

Структура и свойства многослойных ВУФ фильтров
С.А. Гусев, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.А. Татарский, Н.Н. Цыбин 158

Дифракция отраженных электронов как метод исследования фазового состояния тонких сегнетоэлектрических пленок
Д.М. Долгинцев, В.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич 160

Программное обеспечение для работы со сложными дифракционными картинами на примере двухфазных титановых сплавов
А.В. Заводов, Лукина Е.А 162

Измерение рельефа свободного графена методом электронной дифракции
Д.А. Кириленко 164

Применение новых электронно-дифракционных методов в исследовании слоистых полупроводников
М.Г. Кязумов. 166

Катионно-упорядоченная структура и ионная проводимость тисонитовых кристаллов $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$
В.И. Николайчик, Б.П. Соболев, Н.И. Сорокин, А.С. Авилов. 168

Электронно-дифракционное исследование оксидов системы Eu-Ba-Cu-O
В.И. Николайчик, Л.А. Клинкова 170

Электронная структура фторидов BaF_2 и LaF_3 по данным электронной дифракции
В.В. Новикова, Г.Г. Лепешов, А.С. Авилов 172

Исследование механизмов релаксации напряжений в метаморфных слоях $In_xGa_{1-x}As$ методом ПЭМ
А.А. Ситникова, Д.А. Кириленко, Г.В. Климко, С.В. Сорокин, И.В. Седова, С.В. Иванов 174

Эффект размерного квантования коэффициента отражения пучка электронов, падающего на тонкую монокристаллическую пленку, с учетом среднего внутреннего потенциала последней
С.М. Шкорняков 176

Секция 4. Растровая электронная микроскопия

Механизм изменении оптических свойств светоизлучающих структур InGaN/GaN при облучении электронным пучком в РЭМ
П.С. Вергелес, Е.Б. Якимов. 180

Исследование методом РЭМ морфологии гетерогенной сульфокатионообменной мембраны при сорбции алкилароматической аминокислоты
Е.А. Голева, В.И. Васильева, М.М. Нажим 182

Особенности структурообразования монокристаллов KY_3F_{10}, активированных ионами иттербия переменной валентности, обнаруживаемые при исследовании в РЭМ
Л.И. Девяткова, В.Б. Тверской 184

Исследование границы раздела кремниевый электрод-электролит в литий-ионных аккумуляторах
Т.Г. Дмитриева, П.Р. Казанский, М.В. Захаркин, К.Дж. Стивенсон 186

Катодолюминесценция наногетероструктур
М.В. Заморянская, Е.В. Иванова, М.Б. Караваев, Я.В. Кузнецова Д.Б. Шустов, В.А. Школдин, А. Чегодаев 188

Сканирующая электронная микроскопия в исследованиях твердотельных приборов силовой электроники
В.А. Злобин. 190

Потенциальные изображения сегнетоэлектрических доменных структур, созданных электронным лучом в кристаллах ниобата лития
Л.С. Коханчик, Р.В. Гайнутдинов 192

Доменная инженерия с использованием электронно-лучевого метода в оптических волноводах на ниобате лития
Л.С. Коханчик, Р.В. Гайнутдинов, Я.В. Боднарчук, Т.Р. Волк 194

Исследование спектров излучения Eu^{3+} в широкозонных материалах методом локальной катодолюминесценции
В.А. Кравец, К.Н. Орехова, М.В. Заморянская 196

Особенности катодолюминисценции гетероструктур $Al_xGa_{1-x}N$ (x > 0.5)
Я.В. Кузнецова, В.Н. Жмерик, Д.А. Кириленко, А.М. Кузнецов, М.В. Заморянская 198

Исключение загрязнения меры МШПС-2К в РЭМ
Ю.В. Ларионов 200

Сильное искажение формы рельефных структур в результате их контаминации в РЭМ
Ю.В. Ларионов 202

Опыт использования ионной колонны двухлучевого сканирующего электронного микроскопа для прецизионной EBSD-пробоподготовки
М.В. Лукашова 204

Универсальная функция генерации информативных сигналов для количественных методов растровой электронной микроскопии
Н.Н. Михеев, А.С. Ганчев, А.С. Колесник. 206

Модель формирования РЭМ изображенийв режиме сбора обратно рассеянных электронов
Ю.А. Новиков 208

Метод дефокусировки зонда РЭМ при измерении линейных размеров элементов микросхем
Ю.А. Новиков 210

Контроль качества изготовления тест-объектов для калибровки РЭМ
Ю.А. Новиков 212

Структурные особенности мембранных систем на основе полиэлектролитных комплексов
А.С. Орехов, В.В. Клечковская, Ю.Г. Баклагина, В.А. Петрова, С.В. Кононова 214

Возможность использования контраста ионно-стимулированных Оже-электронов, задействуя стандартные оснащение двулучевых систем
А.Ю. Переяславцев 216

Характеризация полупроводникового преобразователя энергии бета-излучения на основе кремния в РЭМ
М.А. Поликарпов, Е.Б. Якимов. 218

Идентификация параметров транспорта экситонов в нитриде галлия при помощи время-пролётных катодолюминесцентных измерений
А.Н. Поляков, М.А. Степович, Д.В. Туртин 220

Исследование с помощью ПЭМ и СПЭМ модификации наночастиц в кварце, созданных имплантацией цинком, путем облучения ионами $^{126}Xe^{+}$
В.В. Привезенцев, В.С. Куликаускас, В.В. Затекин, А.Н. Шемухин, А.Ю. Трифонов, А.Н. Сахаров 222

Особенности кинетики зарядки различных модификаций диэлектрика Al_2O_3 (сапфира, поликристалла, керамики) при электроном облучении
Э.И. Рау, А.А. Татаринцев, А.А. Хайдаров 224

Профилометрия рельефа поверхности с помощью отфильтрованных по энергии вторичных и отражённых электронов в сканирующем электронном микроскопе
Э.И. Рау, А.А. Татаринцев, С.Ю. Купреенко, С.В. Зайцев, Д.А. Балакин. 226

Применение метода фокусированного ионного пучка для создания структур с осевой симметрией
А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт 228

Поверхностные и объёмные неоднородности быстрозакалённых металлических сплавов
В.В. Ткачев, Д.А. Полянский, В.С. Плотников, Г.С. Крайнова, А.К. Цессарская, А.Н. Федорец 230

Секция 5. Сканирующая зондовая микроскопия

Исследование резистивных свойств макета мемристорных структур на основе оксида титана методом атомно-силовой микроскопии
В.И. Авилов, В.А. Смирнов, Л.Р. Саубанова 234

Силовая зондовая литография наноразмерных структур
О.А. Агеев, Р.В. Томинов, В.А. Смирнов, К.В. Дьяков 236

Комплексное исследование морфологии рельефа и электрических характеристики пленок золота и серебра методом сканирующей туннельной микроскопии
А.С. Антонов, Д.В. Иванов, И.И. Иванова, Н.Ю. Сдобняков 238

Структурные характеристики наночастиц оксида цинка
Н.Ш. Ашуров, В.О. Кудышкин, С.М. Югай, Н.Р. Ашуров, С.Ш. Рашидова 240

Структурные характеристики пленок перовскита, используемого в солнечных ячейках
Н.Ш. Ашуров, С.М. Югай, Н.Р. Ашуров, С.Ш. Рашидова. 242

Исследование методами магнитно-силовой микроскопии магнитной анизотропии микрочастиц, наведенной механической деформацией
А.А. Бухараев, Д.А. Бизяев, С.А. Зиганшина, Н.И. Нургазизов, Т.Ф. Ханипов, А.П. Чукланов 244

Сканирующая зондовая микроскопия эластомеров, наполненных функционализированным шунгитом
Х.Х. Валиев, В.Р. Ван, Ю.Н. Карнет, Ю.В. Корнев, Н.А. Семенов, М.С. Шафоростова, О.Б. Юмашев 246

Влияние топологической структуры полимерного стабилизатора на морфологию ZnSe-содержащих наносистем
С.В. Валуева, Т.Е. Суханова, М.Э. Вылегжанина, А.А. Кутин, И.В. Иванов, А.В. Якиманский 248

Исследование наноматериалов на основе имидсодержащих термоэластопластов методами АСМ и наноиндентирования
М.Э. Вылегжанина, Т.А. Кузнецова, А.Л. Диденко, Т.И. Зубарь, К.А. Судиловская, В.М. Светличный, В.В. Кудрявцев, С.А. Чижик, Т.Е. Суханова 250

Особенности переключения в монокристаллических монодоменных пленках LiNbO3, сформированных на подложках SiO2, в поле зонда атомно-силового микроскопа
Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, С.Д. Лавров, Н.Н. Zhang 252

Зондовые исследования доменной структуры, электрических и механических свойств ростовых слоев TGS
Р.В. Гайнутдинов, А.К. Лашкова, Н.В. Белугина, Е.А. Петржик, К.Л. Сорокина, А.Л. Толстихина 254

Исследования начальной стадии метал-стимулируемого химического травления кремния с помощью атомно-силовой микроскопии
Е.В. Гущина, Ю.А. Жарова, В.А. Толмачев 256

Бесконтактное определение электрических характеристик индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок методом электростатической силовой микроскопии
Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Стецько, В.В. Болотов, И.А. Лобов 258

Применение резонатора «кантилевер-лазер» для определения спектрального состава лазерного излучения и оптического охлаждения СЗМ-зонда
М.С. Дунаевский, П.А. Алексеев, В.А. Шаров, А.О. Михайлов 260

Использование атомно-силовой микроскопии в изучении морфологии и процесса разложения пленок поли-3-оксибутирата
В.А. Жуйков, А.П. Бонарцев, Д.В. Багров, Г.А. Бонарцева 262

Исследование структуры и свойств электролитически осажденных пленок CoP-CoNiP-CoNiW методом атомно-силовой микроскопии
А.В. Кириллов, Е.Б. Модин, Е.В. Пустовалов, А.Н. Федорец, В.В. Ткачев, В.С. Плотников 264

Исследование гибридных комплексов наночастицы-графен методом атомно-силовой микроскопии
С. В. Краевский, А. С. Соловьева, А. С. Морозова, Ю. А. Грошкова, Д. Д. Гиниятуллин, Е. Ю. Буслаева, С. В. Ткачев, С. П. Губин 266

Производительная нечувствительная к дрейфу распределённая калибровка сканера зондового микроскопа в нанометровом диапазоне
Р.В. Лапшин 268

Выявление механизма формирования допированных слоев полианилина на основе данных атомно-силовой микроскопии
И.А. Лобов, Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Стецько 270

Магнитно-силовая микроскопия массивов ферромагнитных наночастиц и нанопроволок
В.Л. Миронов, О.Л. Ермолаева, Е.В. Скороходов, А.А. Фраерман 272

Зондовая микроскопия террасно-ступенчатой наноструктуры на (0001) поверхности сапфира: морфологические переходы при отжиге на воздухе
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Б. Колымагин, В.П.Власов, В.М. Каневский 274

Эволюция морфологии поверхности при росте пленок аморфного и поликристаллического кремния
А.В. Новак, В.Р. Новак 276

Изучение механических свойств поверхности кристаллов сапфира после различных типов обработки методом зондовой микроскопии (наноиндентирование и склерометрия)
А.М. Ополченцев, А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Н. Дерябин, В.М. Каневский 278

Исследование наноразмерного профилирования поверхности кремния методом локального анодного окисления и жидкостного травления
В.В. Полякова, В.А. Смирнов, М.В. Сидоркевич 280

Реконструкция формы хиральных плазмонных наноструктур по данным АСМ
О.Ю. Рогов, Р.В. Гайнутдинов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов, А.В. Кондратов 282

Оценка результатов топографического АСМ-анализа мембранных полимеров с помощью методов математической статистики
Т.С. Сазанова, В.Б. Куликов, К.В. Богачева, А.Е. Мочалова, И.В. Воротынцев 284

Особенности записи и динамики сегнетоэлектрических микродоменных структур в кристаллах ниобата бария-стронция, предназначенных для преобразования лазерного излучения
Л.В. Симагина, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, И.Д. Мишина, С.В. Семин, А.Л. Толстихина, Л.И. Ивлева 286

Новые подходы к формированию микрорельефа поверхности холестерических пленок циклосилоксановых олигомеров
О.В. Синицына, А.Ю. Бобровский, Г.Б. Мешков, И.В. Яминский, В.П. Шибаев 288

Температурная динамика доменной структуры и диэлектрических свойств кристалла TGS вблизи T_K
А.Л. Толстихина, Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, А.К. Лашкова, Е.С. Иванова, Г.И. Овчинникова 290

АСМ-исследование доменной структуры кристаллов TGS с примесью *D*-, *L*-α и *L*-α − аланина
А.Л. Толстихина, Н.В. Белугина, Р.В. Гайнутдинов, А.К. Лашкова, В.Н. Шут, И.Ф. Кашевич, С.Е. Мозжаров 292

Исследование морфологии структурных пленок димефосфона на различных поверхностях методом АСМ
Д.К. Усманов, О.А. Коновалова 294

Атомная и электронная структура трехслойного графена на низкоиндексной и вициналной поверхностях SiC(001)
А.Н. Чайка, О. Молодцова, С. Бабенков, А. Захаров, Yuran Niu, Д. Марченко, J. Sánchez-Barriga, P. Mandal, A. Варыхалов, A. Locatelli, A. Sala, T. Onur Mentes, Han-Chun Wu, B.E. Murphy, A. Syrlybekov, Jing-Jing Wang, Hong-Zhou Zhang, И.В. Швец, Tsung-Wei Huang, Ching-Ray Chang, Huajun Liu, Li Yang, Mohamed Abid, Mourad Abid, Yahya T. Janabi, С.Н. Молотков, В. Ю. Аристов 296

Секция 6. Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений

Моделирование электронно-оптических систем электронных микроскопов с нелинейными элементами
Б.Н. Васичев, Н.Г. Власова, А.Д. Шабрин 300

Математические модели автоматизированного анализа и распознавания электронно-микроскопических изображений электронно-лучевым процессором
Б.Н. Васичев, Н.Г. Власова, А.Д. Шабрин 302

Проблемы электронной микроскопии: техническое обслуживание
А.В. Волков, А.Ю. Свяжин 304

Низковольтный гибридный (электронно-рентгеновский) наноскоп
В.Д . Гелевер, Е.Ю. Усачев, А.А. Манушкин 306

Анализ сбора вторичных электронов при изменении рабочего отрезка
Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин. 308

Анализ сбора вторичных электронов в низковольтной установке электронно-лучевой литографии
Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин. 310

Пушки для электронно-лучевой литографии
Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин. 312

Модификация электронно-оптической системы сверхбыстрого РЭМ
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н.Савицкая 314

Перспективы использования систем с остросфокусированными электронными пучками для разработки и мелкосерийного производства СБИС
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н.Савицкая 316

Разработка РЭМ для комплексных измерений субмиллиметровых структур с высоким разрешением
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н.Савицкая 318

Сравнительный анализ многопучковых и многоколонных систем электронной литографии
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н.Савицкая 320

Электростатическая объективная линза для растрового электронного микроскопа
И.Г. Курганов 322

Аппроксимация уровня серого как средство измерения размеров наночастиц металлов
Е.И. Суворова, Д.О. Шведченко 324

Программа Automatic Nanoparticle Numerator (ANN) для измерения диаметров наночастиц в ПЭМ/СПЭМ.
Д.О. Шведченко, Е.И. Суворова 326

Секция 7. Рентгеновская оптика, рентгеновская и оптическая микроскопия

Рентгеновский микроанализ нанопленок
С.А. Дарзнек, А.Ю. Кузин, В.Б. Митюхляев, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов 330

Влияние диэлектрической поляризуемости поверхности слоистой среды на отражение рентгеновских лучей вблизи ПВО
А.А. Дышеков 332

Рентгеновские методы исследования элементного состава материалов наноэлектроники
В.К. Егоров, Е.В. Егоров, Е.М. Лукьянченко 334

Моделирование фильтрации флюида через модель пустотного пространства терригенного коллектора, полученной по данным рентгеновской компьютерной микротомографии
В.П. Загвоздин, Н.А. Артемов, Т.Г. Дмитриева, ... 336

Рентгеновская микроскопия в анализе отказов изделий Микроэлектроники
В.П. Загвоздин, Т.Г. Дмитриева, А.Ю. Рашковский, П.Р. Казанский 338

Количественный рентгеноспектральный микроанализ жаропрочных сплавов на основе вольфрама
Д.С. Киселев, В.П. Смирнов, А.А. Ястребков, А.А. Урусов 340

Влияние поверхностного нанорельефа на показатели точности рентгеновского микроанализа
А.Ю. Кузин, В.Б. Митюхляев, А.А. Михуткин, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов, А.Л. Васильев 342

Влияние микроструктуры на оптические свойства бериллиевых преломляющих линз в режиме когерентной рентгеновской микроскопии
И. Лятун, П. Ершов, А. Гойхман, И. Снигирева, А. Снигирев 344

Композиты из наносцинтилляторов и органических люминофоров для рентгеновской микроскопики процессов деформации и разрушения непрозрачных материалов
А.П. Покидов, Н.В. Классен 346

Математические модели в количественных рентгеновских методах анализа и микроанализа веществ
А.В. Романов, М.А. Степович, М.Н. Филиппов 348

Визуализация процесса распространения поверхностных акустических волн методами электронной и рентгеновской микроскопии
Д.В. Рощупкин 350

Исследование и inline-контроль параметровтонкопленочных структур микро- и наноэлектроники на основе комплекса методов, реализованных на базедвухволновой рентгенооптической схемы измерений
Д.И. Смирнов, Н.Н. Герасименко 352

О задаче формирования ошибки в методе компьютерной томографии
М.В. Чукалина, Д.П. Николаев, А.В. Бузмаков 354

Секция 8. Электронная и ионная литография

Применение фокусированных ионных пучков для формирования элементов автоэмиссионной наноэлектроники
О.А. Агеев, А.С. Коломийцев, А.М. Светличный, И.Л. Житяев, С.А. Лисицын 358

Формирование микро- и наноструктур со скругленным профилем сечения с использованием нового электронно-литографического принципа, основанного на явлениях цепной деполимеризации резиста и самопроявления изображения
М.А. Брук, Е.Н. Жихарев, А.Е. Рогожин, Д.Р. Стрельцов, В.А. Кальнов, С.Н. Аверкин, А.В. Спирин 360

Формирование доменной структуры под действием электронного и ионного пучков в монокристаллах ниобата лития, модифицированных протонным обменом
Е.О. Власов, Д.С. Чезганов, В.А. Квашнин, А.Р. Ахматханов, М.М. Нерадовский, Л.В. Гимадеева, М.А. Чувакова, Д.О. Аликин, В.Я. Шур 362

Ионное наноструктурирование магнитных пленок
С.А. Гусев, Н.С. Гусев, М.Н. Дроздов, Ю.А. Петров, М.В. Сапожников, Д.А. Татарский 364

Влияние облучения подложки электронным лучом на газофазный синтез графеноподобных
М.А. Князев, Д.М. Седловец, О.В. Трофимов 366

Исследование разрешающей способности локального ионно-лучевого травления кремния
А.С. Коломийцев, И.Н. Коц, С.А. Лисицын 368

Исследование свойств электронного резиста AR-P 6200.04 при его использовании для ионной нанолитографии
К.К. Лаврентьев, В.В. Никольская 370

Локальное травление нитрида кремния, усиленное облучением ионами гелия
Ю.В. Петров, Т.В. Шаров, В.Ю. Михайловский, А.П. Барабан, О.Ф. Вывенко 372

Формирование сегнетоэлектрических доменов в монокристаллах ниобата лития под действием пучков заряженных частиц
Д.С. Чезганов, Е.О. Власов, Л.В. Гимадеева, В.А. Квашнин, М.М. Нерадовский, А.Р. Ахматханов, М.А. Чувакова, Д.О. Аликин, Д.К. Кузнецов, Ю.В. Петров, В.Ю. Михайловский, В.Я. Шур 374

Аналитическое описание размеров области засветки в ионной литографии
Я.Л. Шабельникова, С.И. Зайцев 376

Оглавление 2-го тома

Секция 9. Применение методов микроскопии в физике, материаловедении, микро- и наноэлектронике

Магнитная структура аморфных микропроводов в стеклянной оболочке
О.И. Аксенов, Н.Н. Орлова, Ю.П. Кабанов, В.С. Горнаков, С.И. Божко, А.С. Аронин 380

Магнитная структура и проводимость наногранулированных композитных пленок $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{1-x}$
И.В. Антонец, Е.А. Голубев, Л.Н. Котов 382

Морфологические особенности высокопористых металлоорганических композитов с алюминием
Н.М. Антонова, А.П. Бабичев, В.С. Березовский, А.С. Шаржуков, Е.В. Андреев. 384

Микроскопическое исследование морфологии поверхности трещин эпоксидной матрицы, модифицированной полисульфоном и фурфурол-ацетоновой смолой
Д.В. Багров, Н.А. Горощенко, В.И. Солодилов, И.В. Бессонов. 386

Исследование структуры пленок фуллерита C_{60} методами атомно-силовой и растровой электронной микроскопии
Л.В. Баран 388

Влияние ионного облучения на структуру никелевых нанопроволок
С.А. Бедин, В.В. Овчинников, Н.Н. Герасименко, Д.Л. Загорский 390

Рост углеродных образований на поверхности металлических полевых электронных эмиттеров
Д.П. Бернацкий, В.Г. Павлов. 392

Диагностика фазового состава пленок ЦТС, получаемых диодным и магнетронным распылением сегнетоэлектрической мишени, по рамановским спектрам
В.Г. Бешенков, А.Г. Знаменский, А.В. Иржак, В.А. Марченко 394

Воздействие ионных пучков и термообработок на морфологию и структуру индивидуальных МУНТ и их ансамблей
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, В.Е. Кан, Е.В. Князев, С.Н. Поворознюк, Ю.А. Стенькин 396

Рост пленок InN на подложках фианита методом MOCVD при пульсирующей подаче TMIn
Ю.Н. Бузынин, О.И. Хрыкин, Е.В. Скороходов А.Н. Бузынин, М.Н. Дроздов, П.А. Юнин 398

Микроструктура монокристаллов $FeGe_2$, выращенных из расплава, по данным высоковольтной ПЭМ
А.Ю. Бункин, В.Ю. Колосов, Т.И. Папушина 400

О форме силицидных включений в литом вольфраме
Г.С. Бурханов, В.М. Кириллова, В.В. Сдобырев, В.А. Дементьев, А.А. Манаков . . 402

Структура, электрические и магнитные свойства пленок сплавов Гейслера $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ и Fe_2NbSn
Н.А. Виглин, Е.И. Патраков, К.А. Белозерова, В.В. Чистяков, А.А. Вишняков, В.В. Марченков 404

Исследование локальных характеристик аморфной электротехнической стали
А.А. Вирюс, Т.П. Каминская, В.В. Коровушкин, Е.С. Савченко, М.А. Степович, А.И. Тихонов, М.Н. Шипко 406

Исследование магнитных доменов в тонких пленках методами Лоренцевой электронной микроскопии
М.Н. Волочаев, Ю.Ю. Логинов, Л.И. Квеглис 408

Морфология пористого анодного оксида алюминия по данным растровой электронной микроскопии
И.В. Гасенкова, И.М. Андрухович 410

О возможности приложения аппарата Берса к моделированию процессов тепломассопереноса, обусловленного низкоэнергетическими электронами, в планарной многослойной среде
Ю.А. Гладышев, В.В. Калманович, М.А. Степович 412

Электронная микроскопия нанопроволок висмута, выращенных методом термического испарения в вакууме
В.М. Грабов, Е.В. Демидов, Д.М. Долгинцев, Н.С. Каблукова, В.А. Комаров, А.Н. Крушельницкий, В.П. Пронин, М.В. Старицын 414

Исследование пигментов в произведениях живописи К. Малевича методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа
Ю.И. Гренберг, С.А. Писарева, И.Ф. Кадикова, А.В. Мохов 416

A new Approach to Time Dependant XPS Analysis of the Thermal Reduction of Titanium Oxides
M.D.Green, C.Kaiser, B.Krömker, G.Prümper, A.Feltz 418

АСМ исследование морфологии полиамидоимидных мембран, отличающихся структурой диаминного фрагмента
Г.Н. Губанова, М.Э. Вылегжанина, К.А. Ромашкова, С.В. Кононова, А.А. Кутин, Т.Е. Суханова 420

Микроструктура быстрозатвердевших фольг доэвтектических сплавов системы Sn – Bi
О.В. Гусакова, Д.В.Александров, С.В.Гусакова 422

Микроструктура быстрозатвердевших фольг эвтектического сплава Al-Si
О.В. Гусакова, В.Г. Шепелевич, Д.В. Александров 424

Исследование внутренней структуры A_3B_5 гетероструктур, выращенных на метаморфном буферном слое переменного состава
П.А. Дементьев, М.С. Дунаевский, В.А. Соловьев 426

Особенности структуры и термическая стабильность высокопрочного нанокомпозита Cu18Nb
И.Л. Дерягина, Е.Н. Попова, Е.И. Патраков, Е.Г. Валова–Захаревская 428

The Analysis of Mo_5SiB_2 in the SEM using EDS and WDS
Hans Dijkstra, Peter Kellner, Werner Reichstein,Uw Glatzel 430

Применение методов микроскопии при выявлении признаков фальсификации электронных компонентов
И.В. Емельянова, М.И. Звягина, С.Э. Малютенкова 432

Исследование влияния электроимпульсной обработки расплава (НЭМИ) на распределение элементов в карбидах хромистого белого чугуна
М.А. Ермаков, Хосен Ри, Э.Х. Ри 434

Эволюция структуры нанокомпозита Pt/УНВ в газдиффузионном электроде топливного элемента на ПБИ мембране
В.Г. Жигалина, О.М. Жигалина, И.И. Пономарев, Ив. И. Пономарев, Д.Ю. Разоренов, К.М. Скупов. 436

Микроскопия в исследовании многокомпонентных металлических нанопроволок
Д.Л. Загорский, В.В. Артёмов, С.А. Бедин, В.В. Коротков 438

Микроскопия в исследовании железо-кобальтовых нанопроволок
Д.Л. Загорский, В. Лаврентьев, В.В. Коротков 440

Исследование микроструктуры и элементного состава электроконтактного материала
Г.М. Зеер, Е.Г. Зеленкова 442

Оценка на износ тонких пленок Al и Cu методом АСМ
Т.И. Зубарь, Т.А. Кузнецова, С.О. Абетковская, В.А.Лапицкая, К.А. Судиловская, С.А. Чижик, Б.И. Митрин, Е.В. Садыриин,. 444

Нанокристализация кремния в планарных структурах SiO_2\Si
Е.В. Иванова, А.А. Ситникова, О.В. Александров, М.В. Заморянская. 446

Структура и люминесцентные свойства одиночных нановискеров GaN
Е.В. Иванова, Д.А. Кириленко 448

Структурно-морфологические превращения на стадиях зарождения и роста фосфат-кальциевых покрытий на титане в процессах высокочастотного магнетронного распыления и биомиметического синтеза
В.М. Иевлев, С.Б. Кущев, А.В. Костюченко, В.А. Дыбов, А.А. Гончарова 450

Исследование влияния геометрических параметров вертикально ориентированных углеродных нанотрубок на резистивные свойства структур на их основе
М.В. Ильина, Ю.Ф. Блинов, В.А. Смирнов, О.А. Агеев, А.А. Коньшин 452

Исследование влияния времени активации процесса PECVD на параметры углеродных нанотрубок
М.В. Ильина, Н.Н. Рудык, О.И. Ильин, А.А. Федотов 454

Исследование наногетероструктур на основе AIIBVI локальными методами
М.Б. Караваев, И.В. Седова, А.А. Ситникова, Д.А. Кириленко, Е. В. Иванова, М.В. Заморянская 456

РЭМ-исследование влияния температуры подложки на синтез нанопроволок Bi методом ВЧ-диодного распыления
Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, А.Ю. Касумов. 458

Особенности разрушения и оценки эффективной поверхностной энергии конструционных материалов
В.М. Кийко 460

Фрактограммы и работа разрушения волокнистого Al_2O_3/Mo композита
В.М. Кийко 462

Структура и характеристики разрушения слоистых Ni-Al композитов
В.М. Кийко, В.П. Коржов 464

Структура и прочность волокон на основе оксидов редкоземельных элементов
В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, В.Н. Курлов. 466

Жаропрочные композиты с эвтектическими волокнами и молибденовой матрицей: структура и прочность при высокой температуре
В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, В.Н. Курлов. 468

Исследование методом атомно-силовой микроскопии шероховатости вытравленной области в структурах на основе арсенида галлия
В.С. Климин, Н.Н. Петров, А.В. Еськов 470

Исследование методом атомно-силовой микроскопии осажденных слоев нитрида и оксида кремния для изделий наносистемной техники
В.С. Климин, Н.Н. Петров 472

Микроскопическое изучение анодированной поверхности прессованных порошков губчатого титана
А.Н. Кокатев, К.В. Степанова, А.М. Шульга, А.И. Шелухина, В.Е. Толстик 474

Спектры КРС графена на медных и стеклянных подложках
Е.А. Колесов, М.С. Тиванов, О.В. Королик, И.В. Комиссаров, Н.Г. Ковальчук, В.Ф. Гременок 476

Применение метода энергодисперсионного рентгеновского микроанализа для исследования элементного состава креста-энколпиона
Н.Н. Колобылина, Д.Е. Петренко, Э.А. Грешников, Е.А. Созонтов, А.И. Терещенко, М.В. Ковальчук, Е.Б. Яцишина, А.Л. Васильев 478

Корреляция между исходным составом, режимом получения и структурой слоистых Ni-Al композитов
В.П. Коржов, В.М. Кийко 480

Структура и прочность Ni-Al композитов, упрочненных слоями интерметаллидов
В.П. Коржов, В.М. Кийко 482

Структура макротрещин и трещиностойкость слоистых композитов на основе Ni-Al
В.П. Коржов, В.М. Кийко 484

Анализ морфологии и свойств поверхности стеклянных матриц с нанопокрытиями методами СЗМ
А.С. Кочеткова, Н.Ю. Ефимов, Е.А. Соснов, А.А. Малков, А.А. Малыгин, В.В. Антипов, А.Н. Гукова, Г.Л. Брусиловский 486

Анизотропия структурных неоднородностей быстрозакаленных сплавов
Г.С. Крайнова, А.М. Фролов, С.В. Должиков 488

Исследование микроканальных структур для бетавольтаического применения
А.А. Краснов, С.А. Леготин, В.В. Чеверикин, С.И. Диденко, М.В. Синева, Ю.К. Омельченко, К.А. Кузьмина, Е.Б. Якимов, В.В. Старков 490

Влияние концентрации наночастиц и толщины пленки на морфологию и электрофизические свойства ППК+CdS
Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Т.С. Журавлева 492

Структура и оптические спектры поглощения полимерных пленок ППК+S
Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Озерин, С.А. Завьялов, Ю.И. Кирюхин, Т.С. Журавлева 494

Анализ распределения химических элементов в приповерхностном слое образцов никелида титана при плазменно-иммерсионной ионной модификации кремнием
К.В. Круковский, О.А. Кашин, А.И. Лотков 496

Кинетические особенности полиморфных превращений и разрушения частиц губчатого и порошкового титана при гидрировании
А.А. Кузнецов, С.М. Кунавин, П.Г. Бережко, Е.В. Жилкин, М.В. Царев, В.В. Мокрушин, О.Ю. Юнчина 498

АСМ-исследования поверхности износостойких покрытий Mo(C)N
Т.А. Кузнецова, Б.Т. Варшхолинский, Т.И. Зубарь, С.А. Чижик, А. Гилевич, О. Упицка, С.О. Абетковская, В.А. Лапицкая 500

Структура и магнитные характеристики нитевидных нанопорошков сплавов FeCo, FeNi, FeCr
В.И. Кулинич, Е.И. Бубликов, В.В Коломиец, Е.С. Лялько, И.А. Чертова 502

Три типа деформационных дефектов в карбиде бора
Б.А.Кульницкий, М.Р.Анненков, И.А.Пережогин 504

Синтез и изучение свойств наноразмерных термитов с «core-shell» структурой частиц
И.О. Лейпунский, Н.Г. Берёзкина, А.Н. Жигач, Е.С. Афанасенкова, М.Л. Кусков, Б.В. Кудров, В.В. Артёмов, А.Ю. Долгобородов, В.Г. Кириленко, А.Н. Стрелецкий, Г.А. Воробъёва, О.И. Кудинова, А.А. Шевченко 506

Исследование структуры новых суперпротоников $Cs_mH_n((HSO_4),(H_2PO_4))_{m+n}$
И.П. Макарова, А.Л. Васильев, Е.В. Селезнева, В.В. Гребенев, В.А. Коморников 508

Исследование процессов возбуждения катодолюминесценции на примере YAG:Tm
А.Ю. Местер, Е.Ю. Флегонтова, Л.А. Бакалейников, М.В. Заморянская. 510

Определение значений массовых коэффициентов ослабления рентгеновских линий, расположенных вблизи краев поглощения, по результатам рентгеноспектрального анализа бинарных соединений, известного состава
Н.Н. Михеев 512

Определение диффузионной длины в нитриде галлия в случаях экситонной рекомбинации и примесной рекомбинации неравновесных носителей заряда
Н.Н. Михеев, Н.А. Никифорова, М.А. Степович, S. Bauer, C. Grund, J. Helbing, M. Hocker, K. Thonke, I. Tischer 514

Размерные факторы в анализе качества перемешивания порошковых механических смесей
В.В. Мокрушин, И.А. Царева, О.Ю. Юнчина, А.А.Потехин, А.Ю.Постников 516

Методы микроскопии в исследовании морозостойких резин
Т. Муравьёва, О. Столярова, Р. Гайнутдинов, А. Морозов, Д. Загорский. 518

Исследование структуры материала, полученного спеканием стружки разнородных сталей, методами электронной микроскопии
А.А. Никулина, А.И. Смирнов, И.Н. Градусов, П.А. Рябинкина, М.В. Рашковец 520

Исследование микроструктуры анодных алюминиевых фольг, применяемых в производстве электролитических конденсаторов
К.Н. Нищев, М.И. Новопольцев, А.В. Степанов, В.П. Мишкин, Д.С. Горбунов 522

Analysis of advanced microelectronic devices by means of electron microscopy
K. Novotný, L. Hladík, M. Šikula, Sharang, J.V. Oboňa, T. Hrnčíř, A. Denisyuk 524

Влияние ионизирующих излучений на морфологию поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$
И.Р. Нуриев, М.А. Мехрабова, А.М. Назаров, Р.М. Садыгов, Т.И. Керимова 526

Электронно-микроскопические исследования микроструктуры биаксиально-текстурированных лент из сплава Cu-Fe как возможного кандидата в качестве подложки для ВТСП лент второго поколения.
А.В. Овчаров, А.Ю. Дегтяренко, Ю.В. Хлебникова, Ю.М. Чесноков, С.В. Шавкин, А.Л. Васильев 528

Характеризация нанопористых частиц диоксида кремния, перспективных для диагностики и лечения онкологических заболеваний, электронно-зондовыми методами
К.Н. Орехова, В.А. Кравец, Д.А. Кириленко, Д.А. Еуров, Д.А. Курдков, В.Г. Голубев, М.В. Заморянская 530

Пространственное распределение дефектов в плоскости скольжения дислокации в кремнии
В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Н.А. Ярыкин, Е.Б. Якимов 532

EBIC и DLTS исследования электрической активности следов за дислокациями в кремнии
В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов 534

Диэлектрический и пьезоэлектрический отклики в тонких пленках PZT при варьировании температуры кристаллизации фазы перовскита
В.В. Осипов, Д.А. Киселев, С.В. Сенкевич, И.П. Пронин, А.С. Сидоркин 536

Исследование упругих деформаций преобразователей датчиков физических величин
Н.М. Парфёнов, С.П. Тимошенков, А.С. Тимошенков 538

Structure and electrical properties of films based on topological insulator Bi_2Se_3
E.I. Patrakov, Y.A. Perevozchikova, S.A. Chepurin, Y. Tung, J.C.A. Huang, V.V. Marchenkov 540

Исследование деградации наночастиц в комплексной плазме методом РЭМ
В.А.Полищук, В.Ю,Карасев, Е.С.Дзлиева, А.П.Горбенко, И.П.Миронова 542

Оценка однородности СВС композиции Ti+Al с использованием спектральных методов анализа с микронной областью возбуждения
А.Ю. Постников, В.В. Мокрушин, А.А. Потехин, И.А. Царева, О.Ю. Юнчина, М.В. Царев, Д.В. Чулков, П.Г. Бережко 544

Исследование структур на основе одиночных наностержней оксида цинка для создания УФ детекторов
М.В. Рыжова, М.А. Князев, А.Н. Редькин, Е.Б. Якимов, Е.Е. Якимов 546

Механизм износа материалов на основе ПТФЭ
Н.В. Садовская, Р.С. Хатипов, А.Ю. Обвинцев, С.А. Хатипов 548

Исследование структуры слоя низкотемпературного арсенида галлия методами просвечивающей электронной микроскопии
В.А. Сазонов, Н.И. Боргардт, М.В. Ловыгин, И.П. Казаков. 550

Анализ трехмерной модели диффузии неосновных носителей заряда, генерированных электронным пучком в полупроводниковом материале с использованием проекционного метода МНК и Галеркина
Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков, М.Н. Филиппов. 552

Компьютерный анализ топологии поверхности кремния, имплантированного ионами цинка и окисленного при повышенных температурах
В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, В.В. Привезенцев, С.В. Ксенич 554

Микроскопия в исследовании структурных изменений новых алюминиевых сплавов
О.О. Столярова, Т.И Муравьева, Б.Я. Сачек, А.М. Мезрин 556

Получение, структура и разрушение волокнистых ($Al_2O_3 – Y_3Al_5O_{12}$)/NiAl и ($Al_2O_3 – Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2)/NiAl композитов
А.Н. Толстун, Н.И. Новохатская, В.М. Кийко 558

Исследование гетероструктур InGaAs/InAlAs методами просвечивающей растровой электронной микроскопии
И.Н. Трунькин, М.Ю.Пресняков, А.Л. Васильев 560

О корректности математических моделейдиффузии неосновных носителей заряда, генерированных электронным зондомв однородном полупроводниковом материале
Д.В. Туртин, М.А. Степович, А.Н. Поляков 562

Кластеризация ионно-имплантированных атомов In и As в пленках SiO_2
И.Е. Тысченко, А.Г. Черков, А.Н. Михайлов 564

Исследование структурных и оптических свойств одиночных ННК до и после нано-модификации
Е.В. Убыйвовк, Ю.В. Петров, А.С. Бондаренко, О.С. Медведев, А.Д. Буравлев, Г.Е. Цырлин, Н.В. Сибирев 566

Прецизионная подготовка образцов для атомно-зондовой томографии с помощью фокусированного ионного пучка в РЭМ
В.В. Хорошилов, О.А. Корчуганова, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.А. Алеев, С.В. Рогожкин 568

Фазовые превращения в системахTi/Si и Ni(5at%Pt)/Si при БТО
А.М. Чапланов, М.И. Маркевич, В.А. Солодуха, А.Н. Петлицкий, Я.А. Соловьев, О.Э. Сарычев, С.Б. Кущев. 570

Микроструктура быстрозатвердевшего сплава $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$
В. Г. Шепелевич, А. В. Кушнеров. 572

Микроструктура быстрозатвердевших фольг сплава In-21 ат.% Bi при старении
Л.П. Щербаченко, В.Г. Шепелевич, С.В. Гусакова 574

Исследование структуры и механических характеристик быстрозакаленных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ методами РЭМ и СЗМ
О.Б. Щербина, М.Н. Палатников, В.В Ефремов, В.В. Семушин. 576

Исследование цинкосодержащих наночастиц в кремниевой матрице методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии
К.Б. Эйдельман, Н.Ю. Табачкова, К.Д. Щербачев, Ю.Н.Пархоменко, В.В. Привезенцев . 578

Электронно-микроскопический и рентгеноспектральный микроанализ механических примесей в сыпучем материале из стеклянных микросфер
О.Ю. Юнчина, В.В. Мокрушин, П.Л. Киселев 580

Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ стеклянного бисера XIX века
Т.В. Юрьева, И.Б. Афанасьев, В.А. Юрьев 582

Секция 10. Применение методов микроскопии в химии и геологии

Эволюция морфологии и микроструктуры гетерогенных ионообменных мембран при термообработке в различных водных средах
Э.М. Акберова, В.И. Васильева, Е.А. Голева 586

Изучение методами электронной микроскопии и рентгеновской дифракции компонентов синтетической породы
В.В. Акимов, К.Ю. Арсентьев 588

Влияние импульсных энергетических воздействий на морфологию и структурно-химические свойства поверхности алмазов (РЭМ-РСМА, АСМ, РФЭС)
Н.Е. Анашкина, И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева. 590

Сравнительный анализ электрической неоднородности поверхности сульфокатионообменных мембран СМ Pes
В.И. Васильева, Э.М. Акберова, Е.Ю. Кожухова, В.И. Заболоцкий, А.Ю. Бут 592

Морфология и свойства сегментированных силоксануретановых сшитых сополимеров
И.О. Волков, Л.В. Филимонова, Л.И. Макарова, О.В. Синицына, М.И. Бузин, А.А. Бурмистров, В.Г. Васильев, Е.С. Афанасьев, А.Г. Филатова, И.В. Яминский, Г.Г. Никифорова, Е.М. Белавцева 594

Оценка влияния состава и структуры природных наноструктурированных углеродных материалов на их электромагнитные свойства с применением методов микроскопии
Е.А. Голубев 596

Определение типа ударника импактного кратера Жаманшин методами электронной микроскопии
Т.А. Горностаева. 598

Изолирующая роль конденсатного стекла как причина неокисляемости самородных металлов по данным электронной микроскопии
Т.А. Горностаева. 600

Особенности формирования биоморфных структур гейзеритов при участии экзополисахаридов
Л.В. Зайцева, Г.А. Карпов 602

Механические свойства эмульсионных капель воды, стабилизированных асфальтенами
Ю.С. Замула, Э.С. Батыршин 604

Взаимодействие тонких пленок олигопептидов с парообразными соединениями
М.А. Зиганшин, А.В. Герасимов, В.В. Горбачук, С.А. Зиганшина, А.А. Бухараев 606

Самоорганизация в тонкой пленке дипептида L-глицил-L-глицин под действием парообразных органических соединений
С.А. Зиганшина, А.С. Морозова, А.А. Бухараев, М.А. Зиганшин 608

Ультрафракционирование элементов по данным изучения в СЭМ тонкодисперсной фракции лунного реголита
П.М. Карташов 610

Микроструктурные особенности армированных брушитных и монетитных Са - фосфатных цементов
А.В. Кнотько, А.В. Ситанская, В.И. Путляев 612

АСМ-изучение изменений морфологии поверхности сульфидных минералов в процессах принудительного окисления
Е.В. Копорулина, И.Ж. Бунин, И.А. Хабарова 614

Применение оптической, лазерной конфокальной и электронной микроскопии для изучения параметров трещин в граните
А.Н. Кочанов, Е.В. Копорулина 616

Особенности нефтенасыщения порового пространства карбонатных пород
В.А.Кузьмин 618

Разработка классификационных признаков пород-коллекторов нефти и газа с учетом микроструктурных параметров порового пространства
В.А. Кузьмин 620

Комплексное изучение СЭМ и ПЭМ ультрадисперсной фракции лунного реголита
А.В. Мохов 622

Особенности РСМА и РЭМ при поиске и изучении состава минералов, содержащих редкие и благородные металлы в рудах разного типа
Л.А. Павлова, В.В. Татаринов. 624

Исследование кварцитов промышленного типа на микроанализаторе JXA8200
Л.А. Павлова, Т.В. Демина, А.М. Махлянова 626

Применение методов электронной микроскопии при исследовании деградации консервирующих матриц на основе алюмо-фосфатного стекла
А.М. Первухина 628

Трёхмерная микроструктура керогена пород баженовской свиты
Е.Б. Пичкур, А.А. Михуткин, А.Л. Васильев, М.Ю.Спасенных 630

Определение методами СЭМ форм накопления загрязнителей в заливе Седова (о. Северный, арх. Новая Земля)
М.А. Сидорова 632

Исследование микроструктуры полиблочных силоксановых блок-сополимеров с различным распределением размеров диметилсилоксановых блоков
О.В. Синицына, Н.В. Черкун, А.А. Бурмистров, К.Л. Болдырев, И.О. Волков, И.В. Яминский, Б.Г. Завин, Е.М. Белавцева 634

Электронно-микроскопические исследования ОВ в карбонатных породах - коллекторах нефти и газа
Н.А. Скибицкая, В.А. Кузьмин, В.В. Судьин 636

Количественный анализ микроструктуры гидротермальных глинистых грунтов при деформировании
В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Л.Г. Булыгина, М.С. Чернов, Д.И. Юрковец, Р.А. Кузнецов 638

Зондовые методы в исследовании биологически активных селенсодержащих полимерных наносистем
Т.Е. Суханова, М.П. Темирязева, М.Э. Вылегжанина, С.В. Валуева, А.А. Кутин, А.Я. Волков, А.Г. Темирязев 640

Применение методов ВРЭМ и РСМА для установления механизмов образования фаз на поверхности сложных оксидов при термостимулированной гетеросегрегации
Ю.Я. Томашпольский, В.М. Матюк, Н.В. Садовская, С.Г. Лакеев, П.С. Воронцов . 642

Структура и нелинейно-оптические свойства микрокристаллов на основе дефектных пирохлоров $CsBMoO_6$ (B = Nb, Ta)
Д.Г. Фукина, Р.П. Явецкий, Е.В. Сулейманов, Г.К. Фукин, А.В. Боряков, Е.Н. Борисов, Е.В. Борисов, Д.Н. Титаев, Н.В. Сахаров, С.И. Суродин. 644

Структурные исследования аскорбат хитозана
У.А. Хусаинов, Н.Ш. Ашуров, С.М. Югай, С.Ш. Рашидова 646

Наноструктурные исследования гидротермальных глин Южной Камчатки
М.С. Чернов, В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Д.И. Юрковец, А.Р. Алёшин 648

ПЭМ в исследовании природных наноминеральных образований
Т.А. Шабанова, В.А. Глаголев, А.В. Фатчева 650

Секция 11. Применение электронной, зондовой и конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине

Применение метода рентгеновской 3D микроскопии (микротомографии) для оценки биокоррозионной стойкости конструкционных алюминий-магниевых сплавов
Т.А. Алехова, Т.Ю. Новожилова, А.В. Александрова, Н.А. Загустина, А.Д. Плотников. 654

Сравнительный анализ осадков вин с использованием сканирующей электронной микроскопии и микроскопа Axio Imager
В.Е. Андреева 656

Ультраструктура ядрышка в клетках с подавленной экспрессией белка B23
Е.А. Арифулин, С.А. Голышев, Е.В. Шеваль 658

Закономерности ориентации аппрессориальной ростковой трубки возбудителя мучнистой росы на вытянутых листьях пшеницы
А.В. Бабоша, Г.И. Комарова 660

Использование регрессии для сравнения размеров устьиц листьев растений в гетерогенных выборках
А.В. Бабоша, А.С. Рябченко, Т.Х. Кумахова 662

Исследования морфологии и микроструктуры магнетосом методами электронной томографии
Т.Н. Баймухаметов, Ю.М. Чесноков, А.Л. Васильев 664

Изучение дифференциальной диагностики различных форм ринитов с помощью методов сканирующей и трансмиссионной электронной микроскопии
Т.Г. Бархина, М.Ю. Гущин, В.А. Утешева 666

Ультраструктурные дифференциально-диагностические критерии хромофобных раков и онкоцитом почек
С.Д. Бежанова, Е.А. Смирнова, И.Н. Соколова, Н.Т. Райхлин, И.А. Букаева 668

Наночастицы серебра подавляют тепловую агрегацию белковой матрицы
О.Д. Бекасова, В.А. Штейн-Марголина, Б.И. Курганов 670

Совместное применение конфокальной и атомно-силовой микроскопии для анализа организации внутриядерных структур
К.А. Бенкен, Е.В. Сабанеева 672

Ультраструктура тимуса, легких и эритроцитов при миастении и фотовоздействиях
А.Х. Бутаев 674

Увеличение противомикобактериальной активности синтетических препаратов под влиянием субстанций растительного происхождения в эксперименте
Г.Н. Генатуллина, А.К. Маслов 676

Ультраструктура сперматогоний при радиационном облучении крыс и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения
М.С.Гениатулина, Ю.Н.Королев, Л.А.Никулина, С.В.Седов 678

Иммуноструктурный анализ изменений в энтероцитах и культуре Caco2 при всасывании гексоз
Н.М. Грефнер, Л.В. Громова, Я.Ю. Комиссарчик 680

Новые способы исследования микроструктуры костных имплантатов методами сканирующей микроскопии
И.Г. Григоров, Е.А. Богданова, В.М. Скачков, А.Г. Широкова, А.Ю. Чуфаров, Н.А. Сабирзянов 682

Электронно-микроскопическое исследование гастродермиса у турбеллярии лецитоэпителиаты (Plathelminthes)
И.М. Дробышева 684

Ультраморфологические изменения клеточной линии Pv11 африканского комара-звонца Polypedilum vanderplanki при переходе к ангидробиотическому состоянию
В.Г. Евтюгин, С.А. Кондратьева, А.А. Несмелов, Д. Окада., Т. Кикавада, Т. Окуда, О.А. Гусев. 686

Исследование процессов взаимодействия S.aureus и наноструктурированных фторсодержащих поверхностей на основе данных сканирующей электронной микроскопии
В.М. Елинсон, Л.В. Диденко, Н.В. Шевлягина, А.Н. Лямин, Г.А. Автандилов, О.А. Сильницкая 688

Объемная микроскопия клеточных структур и микрофлоры эпителия трахеи крысы
П.Р. Казанский, В.Я. Шкловер 690

Исследование микроструктуры капсул CaCO3, модифицированных наночастицами Ag
Р.А. Камышинский, А.А. Васильев, Т.В. Букреева 692

Изучение распределения клеток меланомы в смешанных сфероидах методом флуоресцентной микроскопии
О.Ф. Кандараков, М.В.Калашникова, О.Г. Леонова, В.И. Попенко, А.В. Белявский 694

Ультраструктура клеток Сертоли при радиационном облучении крыс и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения
Ю.Н. Королев, М.С. Гениатулина, Л.А. Никулина, С.В. Седов 696

Разработка базы данных морфометрических характеристик и изображений возбудителей особо опасных инфекционных болезней, полученных с помощью атомно-силовой микроскопии
О.С. Кузнецов, Ю.И. Яшечкин, П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, Н.П. Коннов, Н.Е. Щербакова, В.Е. Куклев 698

Изучение процессов компактизации и декомпактизации митотических хромосом Nigella damascene
М.А. Кузнецова, Е.В. Шеваль 700

Ультраструктурные особенности взаимодействия агробактерий с клетками мицелия Pleurotus oastreatus
А.В. Лавлинский, Ю.В. Смирнова, В.Н. Попов, А.Г. Богдаев 702

Организация молекул ДНК в структурах хроматина соматических ядер некоторых видов Paramecium
О.Г. Леонова, А.А. Потехин, И.В. Некрасова, Ю.Л. Иванова, Б.П. Караджян, В.И. Попенко 704

Прямое участие эндоцитозных везикул в транспорте Na^+
О.В. Майорова, А.С. Воронков, Л.А. Халилова, А.А. Фоменкова 706

Низкоинтесивный лазерный свет (632,8 нм) стимулирует белковый синтез в лимфоцитах. Исследование полисом
В.М. Мантейфель, Т.Й. Кару 708

Возможности конфокальной сканирующей микроскопии в оценке содержания клеточной и ядрышковой РНК с помощью флуоресцентного РНК-связывающего красителя пиронина Y
А.А. Миронова, А.А. Квит, О.В. Зацепина 710

Использование РЭМ для выявления влияния прививочных компонентов Prunus avium L. на морфолого - анатомические показатели листа
С.М. Мотылева, Г.Ю. Упадышева, М.Е. Мертвищева 712

Компьютерная программа для количественной оценки цифрового изображения бактерий полученного от электронного микроскопа
С.О. Навольнев 714

Растровая электронная и зондовая микроскопии в исследовании микро- и наноразмерной топографии поверхности имплантатов с биоактивным покрытием
С.В. Надеждин, Е.В. Зубарева, Ю.Е. Бурда, Ю. Р. Колобов, М.Б. Иванов, Г.В. Храмов, А.Ю. Афанасьев 716

A revision of the genus Leberis Smirnov, 1989 (Cladocera: Chydoridae) in the Old World and Australia based on light and scanning electron microscopy
A.N. Neretina, S.I. Metelev 718

Формобразование «нанобактерии» в популяциях бактерий и дрожжей: ультраструктурный анализ
К.О. Овнанян, М.К. Овнанян 720

Исследование структурных свойств композиционного энтеросорбента с помощью атомно-силовой микроскопии
М.В. Овчинникова, О.С. Кузнецов, Н.А. Сырова, А.К. Никифоров 722

Распределение элементов Na, Cl и K в системе целого растения у галофита Suaeda altissima (L.) Pall
Ю.В. Орлова, О.В. Майорова, Л.А. Халилова, Н.А. Мясоедов, Ю.В. Балнокин. . . . 724

Ультраструктурные изменения слизистой желудка и двенадцатиперстной кишки при язвенной болезни
С.В. Пичугова, Н.О. Щанова, Л.В. Прохорова, Л.Г. Тулакина, А.В. Клейн, Я.Б. Бейкин 726

Изменения структуры семенной вены при варикоцеле
С.В. Пичугова, С.Ю. Комарова, Л.Г. Основин, Л.Г. Тулакина, А.В. Клейн, Я.Б.Бейкин 728

Ультраструктурные изменения яичка при крипторхизме
С.В. Пичугова, С.Ю. Комарова, Е.В. Гайдышева, Л.Г. Тулакина, А.В. Клейн, Я.Б. Бейкин 730

Электронно-микроскопическое изучение локализации наночастиц TIO_2 в тканях различных органов крыс при пероральном введении в остром и хроническом опытах
С.М. Придворова, Т.А. Платонова, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев 732

Исследование эмбриогенеза орхидных с помощью методов конфокальной лазерной микроскопии
А.С. Рябченко, А.В. Бабоша, Г.Л. Коломейцева 734

Формирование и динамика агрегатов протеасом в клетках культуры U-937 при индукции в них апоптоза
Е.С. Снигиревская, А.В. Мошков, Я.Ю. Комиссарчик. 736

РЭМ-конхиология пресноводных моллюсков и их филогенетические отношения
Е.В. Солдатенко 738

Ультраструктурная организация нейронов, дифференцированных из эмбриональных стволовых и индуцированных плюрипотентных клеток здоровых и больных хореей Хантингтона пациентов
Л.А. Сульдина, Е.Д. Некрасов, М.А. Лагарькова, С.Л. Киселев, Е.В. Киселева 740

Таксономическая идентификация субфоссильных перьев птиц методом сканирующей электронной микроскопии
Е.О. Фадеева, В.Г. Бабенко 742

Изучение морфологических и физических характеристик тонких плёнок на основе природных полисахаридов с помощью атомно-силовой микроскопии
Ю.В. Чудинова, Д.В. Курек 744

Медиальный глаз клещей с позиций SEM, TEM и CLSM микроскопии и его возможная эволюция
А.Б. Шатров 746

Идентификация зеленых микроводорослей рода Parietochloris с применением методов электронной микроскопии
К. А. Шибзухова 748

Закономерности развития нейрон-глиальных сетей диссоциированных культур различной плотности in vitro
О.М. Широкова, М.В. Ведунова, Л.Е. Фрумкина, И.В. Мухина 750

Вклад GAR-домена в накопление фибрилларина в ядре и ядрышке
М.Ю. Шубина 752

Взаимодействие митохондрий с компонентами ядра. Ультраструктурная картина.
Ч.М. Эльдаров, И.М. Вангели, В.Б. Вайс, Л.Е. Бакеева 754

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

Исследование объектов культурного наследия методами электронной микроскопии

Н.Н. Колобылина[1], А.Л. Васильев[1,2] М.В.Ковальчук[1,2], Е.Б.Яцишина[1],

[1] *Россия, НИЦ «Курчатовский Институт»,*
[2]*Институт кристаллографии им.А.В.Шубникова РАН, Москва.*

Физические, химические и биологические методы анализа давно используются в гуманитарных науках – археологии, истории и в некоторых областях искусства, например, в живописи и скульптуре. Особенно ярко тенденция к конвергенции методов проявляется при исследовании объектов археологических объектов и памятников культурного наследия – древних текстов, манускриптов, картин, скульптур – такой подход позволяет получать уникальные научные результаты. Перед историками и археологами в большинстве случаев стоят следующие основные вопросы: где, когда, кем, для каких целей был изготовлен артефакт, в то время как перед музейными работниками и исследователями возникают вопросы о том, из какого материала и каким образом он сделан и как его сохранить. По характеру естественно-научных методов исследований и разнообразию изучаемых объектов ближе всех направлений науки к археологии находится кристаллография, методы которой традиционно развивались для исследования неорганических и органических кристаллов, в том числе наноразмерных и аморфных материалов. Большинство методов исследования материалов представлены в классической монографии «Современная кристаллография» под редакцией Б.К.Вайнштейна [1]. Детальное рассмотрение возможностей рентгеновских методов представлено в монографии [2], а в конце 2015 г. перспективные методы и направления исследований объектов культурного наследия были обсуждены на совещании-семинаре «Естественно-научные методы исследования в гуманитарных науках», прошедшем в НИЦ «Курчатовский институт» [3]. Среди множества современных методов исследований электронная микроскопия (**ЭМ**) в комбинации с микроанализом **(МА)** занимают значительное место. В основном используется растровая электронная микроскопия (**РЭМ**) и энергодисперсионный рентгеновский микроанализ (**ЭРМ**). Это связано с относительной простотой этих двух методов, в том числе с возможностью изучения объектов без их предварительной подготовки, при сохранении образца в исходном состоянии [4]. Растровая электронная микроскопия интенсивно используется для исследований археологических объектов из металлов, сплавов и других материалов. Аналитическую информацию в РЭМ можно получать несколь-

кими способами: анализом изображений, полученных с помощью детектора обратно рассеянных (Резерфордовских) электронов или расшифровкой спектров характеристического рентгеновского излучения. В первом случае контраст изображения связывается с атомным номером Z – чем больше атомный номер Z и тяжелее ядро, тем сильнее оно рассеивает электроны и ярче контраст. Во втором – с помощью детектора рентгеновских квантов можно зафиксировать спектр энергий или спектр длин волн характеристического рентгеновского излучения. Также существует еще один информативный метод – построение карт распределения элементов, позволяющий быстро определить фазы, присутствующие в материале, их морфологию.

В отличие от РЭМ, просвечивающая электронная микроскопия (**ПЭМ**) используется значительно реже, так как это разрушающий метод и объем исследуемого образца не превышает нескольких кубических микрометров, хотя она позволяет получать данные о кристаллической структуре материала и сведения о составе с высоким пространственным (до субангстремного уровня) разрешением. Методы ПЭМ используются в археологии сравнительно редко, хотя отдельные работы могут служить примером глубоких исследований, требующих высокого пространственного разрешения и применения аналитических методов. Эти работы будут представлены в докладе.

1. *Вайнштейн Б.К*. Современная кристаллография. Наука. Москва 1979. т 1. 384 с
2. *Ковальчук М.В.* Моя конвергенция. Академкнига. Москва 2011. т 1. 304 с.
3. «Естественно- научные методы исследования в гуманитарных науках» Материалы совещания-семинара. Под редакцией *М.В.Ковальчука, П.К.Кашкарова, О.С.Нарайкина, Е.Б.Яцышиной*. ISBN 978-5-00004-009-6. Изд. НИЦ «Курчатовский1 институт» 2015 104 стр.
4. *Goldstein J.I., Newbury D.E., Joy D.C. et al.* Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. 3rd edn, Kluwer Academic Plenum, New York: 2003, ISBN 0-306-47292-9.296P.

Аналитическая электронная микроскопия и малоугловое рентгеновское рассеяние в исследовании наночастиц

Е.И. Суворова, Д.О. Шведченко, В.В. Волков

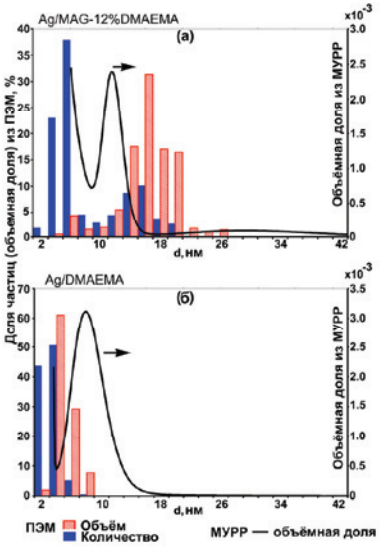
Институт кристаллогрфии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия

Методами аналитической просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, ВРЭМ, рентгеновской энерго-дисперсионной спектрометрии, электронной дифракции) и малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) исследованы частицы серебра и селена, образованные и стабилизированные в водных растворах полимеров (гомополимеров и сополимеров). Целью работы было определение структуры частиц, установление их размеров, дисперсий по размерам и объему.

Показано, что в общем случае численные значения модовых диаметров частиц, а также объемные распределения, определенные методами электронной микроскопии и МУРР не совпадают. Совпадение может наблюдаться, но является частным случаем. Различия в численных значениях могут вызываться рядом причин, а также возможным кумулятивным действием нескольких факторов, при этом в основе лежит принципиальная разница между электронным и рентгеновским пучками и их взаимодействием с материалами.

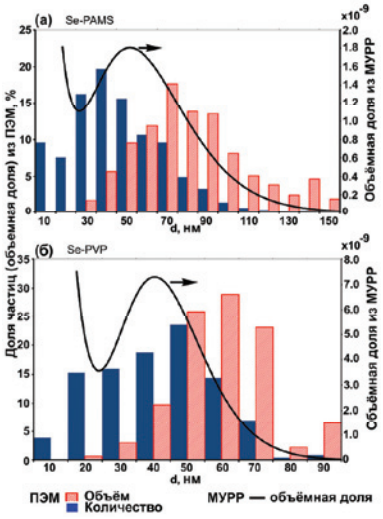
В работе определены и суммированы причины возникновения систематических и случайных ошибок при определении размеров частиц, которые можно подразделить на инструментальные; ошибки, связанные с особенностями исследуемых образцов; сбором данных и их анализом. Таким образом, показаны методические ограничения и пути их преодоления (если возможно) на примере двух различных типов частиц, один, из которых представляет собой монокристаллические (или двойниковые) однофазные частицы серебра, а другой тип представлен частицами селена, которые могут быть монофазными и композитными, кристаллическими и аморфными. Рисунки 1 и 2 демонстрируют распределения по размерам и объему для частиц серебра (Рис.1) и частиц селена (Рис.2). На гистограммы, полученные из электронно-микроскопических изображений, наложены кривые, полученные из данных МУРР. Разница в численных значениях модовых диаметров составляет порядка 3 нм для Ag и доходит до 36 нм для частиц Se, причем метод МУРР показал истинный интервал значений для селена. Высокая эффективность МУРР установлена в исследовании распределений по объему для композитных легко деформируемых при высыхании и агрегировании частиц селен-полимер, имеющих диаметр в интервале 20 – 100 нм и находящихся в растворе. В то время как ПЭМ указала на причины

такого большого различия данных, установив химический состав и структуру этих частиц.



а)

Рис. 1. Гистограммы распределений по размерам и объемная доля для частиц Ag в образцах с сополимером винилсахарида и 12% метилметакрилата (MAG - 12% DMAEMA) **(а)** для частиц Ag в образцах с гомополимером метилметакрилата (DMAEMA) **(б)**, полученными по данным ПЭМ. На гистограммы наложены кривые распределения объемной доли, полученными из МУРР.



б)

Рис. 2. Гистограммы распределений по размерам частиц и объемная доля для частиц Se в образцах с полиакриламидометилпропан сульфоновой кислотой (PAMS) **(а)** и для частиц Se в образцах с поливинилпирролидоном (PVP) **(б)**, полученными по данным ПЭМ. На гистограммы наложены кривые распределения объемной доли из МУРР.

Мультимасштабная объемная микроскопия как современный метод научных исследований

В.Я. Шкловер, Н.А. Артемов, Т.Г. Дмитриева, П.Р. Казанский, В.П. Загвоздин

ООО «Системы для микроскопии и анализа», г. Москва, Одинцовский район, д. Сколково, ул. Новая, д. 100, БЦ Урал

Целью работы является разработка комплексного подхода к визуализации и характеризации объектов исследования в диапазоне масштабов от миллиметров до нанометров без потери области интереса.

В рамках описанной цели нашей лабораторией был разработан методический подход, включающий:

1. пробоподготовку исходного образца (изготовление шлифов, контрастирование и т.д.);
2. получение 2D и 3D информации о морфологических особенностях и составе анализируемых объектов на масштабах
    - до 20 мкм с использованием методов оптической, конфокальной и электронной микроскопии, рентгеновская микротомографии, фотоэлектронной и рентгенофлуоресцентной спектроскопии, а также методики автоматического определения минерального состава;
    - до 50 нм с использованием методов электронно-ионной микроскопии и энергодисперсионного анализа;
    - до 0,2 нм с использованием методов просвечивающей микроскопии, метода характеристических потерь электронов, фотоэлектронной спектроскопии и электронной дифракции,

связанные между собой специально разработанной материально-технической (например, корреляционные держатели образцов) и вычислительной (специализированное программное обеспечение) базой.

На основе разработанного комплексного подхода были выполнены работы по визуализации биологических тканей, клеточных и ультраклеточных структур [1], проведен комплексный анализ керна, включающий 3D-моделирование, определение минерального состава, проницаемости и пористости [2]. В области микроэлектроники были решены задачи по оценке дефектов и анализу отказов компонентов для поверхностного монтажа, интегральных схем. Разработаны подходы по редактированию 3D-топологии ИС, МЕМС, прототипированию. В области материаловедения

была проведена работа по установлению закономерностей формирования низкоплотной высокопрочной керамики на основе химически диспергированного порошка оксида алюминия, нашедшей применение при создании фильтрующих элементов [3].

Таким образом, можно сделать вывод о том, что рассмотренный комплексный подход к проведению научных исследований полностью оправдал себя при решении задач в различных областях науки и техники, позволяя собрать наиболее полную информацию об объекте исследования.

В настоящее время специалистами нашей лаборатории ведутся научно-исследовательские работы в области дополнения указанного методического подхода такими исследованиями как, например, 3D-характеризация объектов исследования на атомном уровне.

1. Шкловер В.Я., Казанский П.Р. Мультимасштабная объемная микроскопия: опыт применения в биомедицинских исследованиях. // Мед. Физика, 2015, № 1 (65), с. 79-85.
2. Артемов Н.А., Шкловер В.Я, Загвоздин В.П., Казанский П.Р., Хаханов С.Н. Моделирование фильтрационно-емкостных свойств и петрофизических параметров образца терригенного коллектора с использованием комплекса исследований, разработанного в рамках технологии «Цифровой керн» // Тезисы конференции Геомодель-2015, г. Геленджик.
3. Дмитриева Т.Г., Трифонов Ю.Г., Омаров А.Ю. Мультимасштабные исследования в разработке конструкционной нанокерамики на основе химически диспергированного порошка оксида алюминия // Тезисы VI Международной конференции «Новые перспективные материалы и технологии их получения – 2014», г. Волгоград.

Секция 1.
Просвечивающая электронная микроскопия (аналитическая, низковольтная, растровая)

Формирование структурных дефектов и фаз углерода при воздействии мощных импульсных ионных пучков на многостенные углеродные нанотрубки

В.В. Болотов, Е.В. Князев, Ю.А. Стенькин

Омский научный центр СО РАН. 644024, г. Омск, проспект Маркса, 15.

Многостенные углеродные нанотрубки (МУНТ) имеют ряд уникальных физико-химических свойств, таких как высокая механическая прочность, развитая поверхность, низкая плотность и широкий диапазон величин электропроводности, что определяет их перспективы для научного и практического применения в качестве материалов для производства химических, биологических сенсоров, емкостных конденсаторов, элементов литий-ионных батарей, фильтров, газовых сорбентов[1]. Данное исследование направлено на изучение закономерностей трансформации структуры МУНТ под действием мощных ионных пучков наносекундной длительности.

Слои МУНТ выращивались методом CVD при пиролизе ацетонитрила на подложках SiO_2/Si, после чего они облучались мощным ионным протон-углеродным (p-C) пучком с энергией 300 кэВ, плотностью 0,5-0,6 Дж/см^2 (состав пучка 30%-H+ , 70%-C). Морфология и структура МУНТ исследовалась с помощь просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Jeol JEM-2100 FS.

Исследования методом ПЭМ высокого разрешения структуры МУНТ, подверженных воздействию мощных ионных пучков наносекундной длительности, показали, что наблюдается формирование луковично-подобных образований, внутри которых в ряде случаев фиксируются структуры с межплоскостным расстоянием близким к наноалмазу[2]. После воздействия 1 импульса МИП наблюдается изменение межслоевого расстояния внешних слоев МУНТ с внешним диаметром >30 нм (**Рис.1,** данные быстрого Фурье преобразования).

Как видно из данных быстрого Фурье преобразования наблюдается изменение межслоевого расстояния в МУНТ. При этом межплоскостное расстояние внешних слоев несколько меньше, чем расстояния между слоями внутренними. Данный результат можно объяснить с позиций работы [3], в которой предполагается, что введение дефектов в стенки МУНТ вызывает увеличение Ван дер Ваальсового и ковалентного притяжения между близ-

лежащими стенками МУНТ, приводящее к уменьшению межслоевого расстояния.[3]

Работа выполнена при частичной поддержке грантов РФФИ № 16-08-00763 А, РФФИ № 15-42-04308 р_сибирь_а.

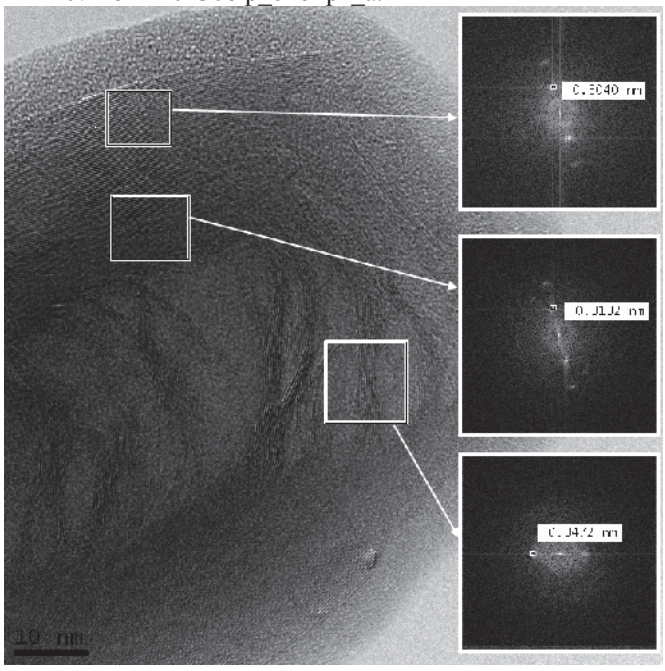


Рис.1. ПЭМВР изображение МУНТ, подверженной облучению 1 импульсом мощного ионного пучка.

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.

2. *V.V. Bolotov, P.M. Korusenko, , S.N. Nesov, S.N. Povoroznyuk, E.V. Knyazev*. The origin of changes in the electronic structure of oriented multi-walled carbon nanotubes under the influence of pulsed ion radiation. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 2014, V.337, p 1-6.

3. *O. V. Kharissova and B. I. Kharisov*, Variations of interlayer spacing in carbon-nanotubes RSC Adv., 2014, 4, 30807-30815.

Высокоразрешающая электронная микроскопия пироуглеродных материалов

Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, В.Н. Кукин, А.С. Приходько

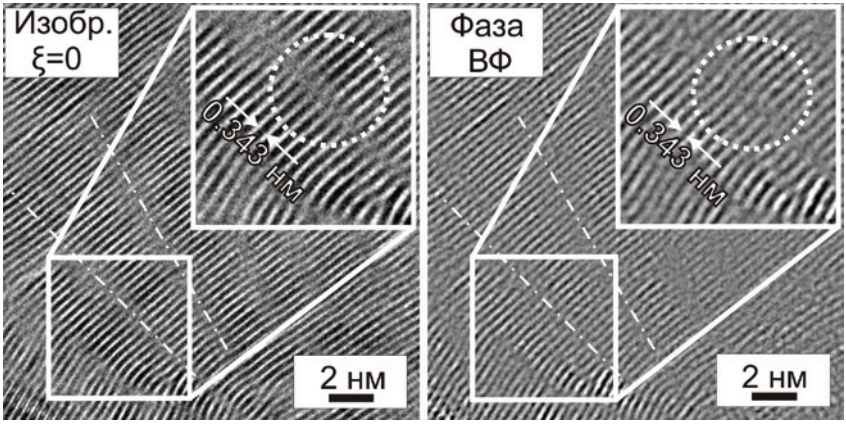
«Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, Зеленоград, проезд 4806, д.5, Россия

Пироуглеродные материалы благодаря их стойкости к высоким механическим, термическим, радиационным нагрузкам находят широкое применение в различных технических приложениях, в том числе в медицине для изготовления имплантов. Уникальные свойства пироуглеродных материалов связаны с особенностями их турбостратной структуры, образованной базисными плоскостями, которые формируются двумерно упорядоченными углеродными сетками. Несмотря на успешность практического применения пироуглеродных материалов, развитие представлений об их строении на атомарном уровне остается актуальным и может быть осуществлено с использованием методов высокоразрешающей электронной микроскопии.

В докладе представлены результаты изучения атомарной структуры пироуглерода и углеситала с использованием высокоразрешающих изображений и их анализа с помощью реконструкции фазы волновой функции (ВФ) электрона и структурного моделирования методом молекулярной динамики. Экспериментальные исследования выполнялись на микроскопах Philips CM-200-UT-FEG и FEI Titan Themis 200 с корректором сферической аберрации при ускоряющих напряжениях 200 и 80 кВ соответственно.

Один из важнейших вопросов при исследовании пироуглеродных материалов связан с представлениями об их атомарной структуре. При этом используется две модели, в первой из которой предполагается, что основными структурными элементами пироуглерода являются маленькие углеродные домены или кристаллиты, состоящие из нескольких базисных плоскостей. Вторая, ленточная модель описывает пироуглерод в виде совокупности непрерывных изгибающихся базисных углеродных плоскостей.

На рис. 1а представлено высокоразрешающее изображение пироуглеродной фазы углеситалла, полученное с использованием корректора сферической аберрации объективной линзы, а на рис. 2б – двумерное распределения фазы ВФ, восстановленной на основе дефокусной серии из 10 микрофотографий. Даже на точно сфокусированном изображении на рис. 1а могут быть выделены области, одна из которых показана прямыми пунктирными линиями, указывающие на адекватность доменной модели структуры пироуглерода. Однако, анализ распределения фазы ВФ на рис. 1б свидетельствует, что все особенности изображения на рис.1а могут быть объяснены в рамках ленточной модели.



а) б)

Рис. 1. Высокоразрешающая микрофотография пироуглеродной фазы углеситалла при $\zeta = 0$ (а) и двумерное распределение фазы восстановленной ВФ (б).

Использование ленточной модели для задания исходных позиций атомов углерода, моделирование атомарной структуры методом молекулярной динамики и высокоразрешающих изображений слоевым методом позволило получить распределения интенсивности, которые качественно соответствуют экспериментальным микрофотографиям.

В отличие от пироуглерода углеситалл помимо турбостратной пироуглеродной фазы содержит крупные и мелкие монокристаллические частицы карбида бора. Крупные частицы с размерами 0,1-0,3 мкм располагаются на внутренней поверхности имеющихся в турбостратной фазе полостей, мелкие частицы величиной 5-20 нм находятся в самой этой фазе. Используя метод фокусированного ионного пучка для приготовления тонкой фольги из крупной частицы и получая высокоразрешающее изображение ее кристаллической решетки, была выявлена ось симметрии пятого порядка. Для мелких частиц, также имеющих пятиосную симметрию, на основе фурье-анализа высокоразрешающих микрофотографий установлены закономерности сопряжения кристаллических плоскостей карбида бора и базисных плоскостей углеродной фазы. Детальное исследование структуры турбостратного углерода вблизи мелких частиц карбида бора выявило увеличение расстояния между базисными плоскостями углеродной фазы.

Таким образом, представленные результаты свидетельствуют, что высокоразрешающая электронная микроскопия в сочетании с методами анализа и моделирования изображений позволяет получать данные об атомных расположениях в пироуглеродных материалах и, следовательно, изучать структуру подобных частично упорядоченных материалов.

Зависимость структуры 1DPbTe@ОСУНТ от диаметра нанотрубок

В.Г. Жигалина[1,2,3], А.С. Кумсков[1,2,3], Дж. Слоан[4], А.А. Елисеев[5], Н.И. Вербицкий[5], А.Л. Васильев[1,2], Н.А. Киселёв[1]

1 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Россия
2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, Россия
3 Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, 119421,г. Москва, Россия
4 Department of Physics, University of Warwick, Coventry, Warwickshire CV47AL, UK
5 Факультет наук о материалах, Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991, г. Москва, Россия

Структура нанокристаллов бинарных соединений с полупроводниковыми свойствами в ограниченном (порядка 1 нм) пространстве внутреннего канала углеродных нанотрубок при отсутствии каких-либо химических взаимодействий является фундаментальным вопросом для дальнейшего развития наноэлектроники.

В данной работе изучены структура и свойства одномерных кристаллов на примере 1D PbTe, закапсулированных внутри одностенных углеродных нанотрубок (ОСУНТ) различных диаметров (1,2-2,0 нм). При исследовании использовались методы высокоразрешающей электронной микроскопии (FEI Titan 80-300 и JEOL ARM 200F), компьютерного моделирования и расчета *ab initio*. В процессе уменьшения внутреннего диаметра углеродных нанотрубок сначала обнаруживаются нанокристаллы со структурой, подобной массивным аналогам (**Рис. 1а**). Однако при уменьшении внутреннего диаметра до 1,3 нм и менее нанокристалл PbTe не имеет возможности формировать полную ячейку и образовывать идеальный фрагмент массивной структуры с равномерно распределенными катионами и анионами. Благодаря этому ограничению в трубке происходит компенсация заряда. В случае диаметра ОСУНТ 1,32 нм формируются нанокристаллы PbTe со структурным типом каменной соли и ориентацией <100>. При диаметре нанотрубки порядка 1,2 нм образуется нанокристалл со сверхструктурой и периодичностью решетки 1,8 нм в направлении <110> (**Рис. 1б**).

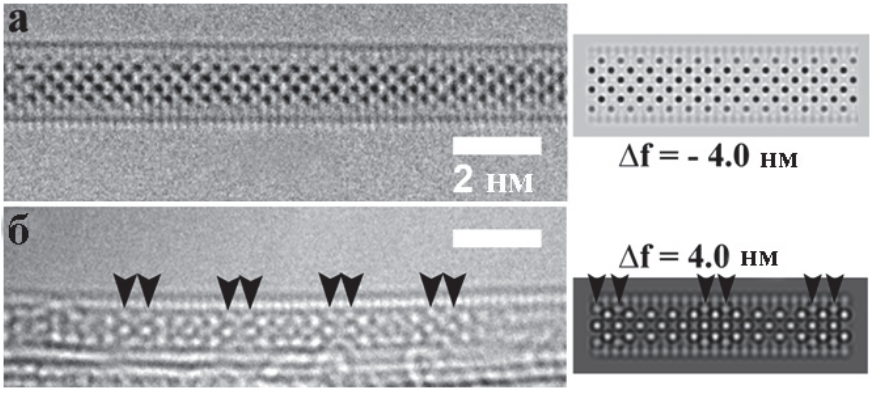


Рис. 1. ВРЭМ-изображения одномерных нанокристаллов PbTe в ОСУНТ различного диаметра: а – $D_{ОСУНТ}$ = 1.7 нм; б – $D_{ОСУНТ}$ = 1.2 нм.

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, уникальный идентификатор проекта RFMEFI58514X0004).

5x1 и 2x1 сверхструктура поверхности (001) Si

К.Г. Каратеева[1], И.А. Каратеев[1], Д.В. Аверьянов[1], А.М. Токмачев[1], В.Г. Сторчак[1], А.Л. Васильев[1]

[1] *НИЦ Курчатовский институт, Москва, Россия*

Полупроводник EuO, обладающий ферромагнитными свойствами и большой спиновой поляризацией является перспективным материалом спинтроники. В процессе формирования пленки EuO на кремнии необходимо добиться ее роста без промежуточных слоев окислов или силицидов. В представленной работе изучена реконструкция поверхности (001)Si типа 5x1 и 2x1 осаждением атомов Eu и Sr. Реконструкция поверхности (001)Si типа 5x1 ранее не была изучена, атомная структура поверхности неизвестна.

Исследования проведены на просвечивающем/растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, США), оборудованном корректором сферической аберрации пробы и кольцевым темнопольным высокоугловым детектором электронов при ускоряющем напряжении 300 кВ. Образцы для электронной микроскопии были подготовлены с помощью фокусированного ионного источника, на поверхности образцов для защиты от окисления непосредственно в ростовой камере установки молекулярно-лучевой эпитаксии напылялся поликристаллический алюминий.

Изображение поперечных срезов Eu/Si и Sr/Si с перестройкой поверхности 2x1 представлены на Рис.1. (а) и (б), соответственно. Тяжелые атомы Eu и Sr декорируют поверхность и выглядят как наиболее яркие пятна. Формирование перестроенной поверхности происходит в виде доменов, развернутых друг относительно друга на 90^0. Разворот можно наблюдать в области ступеней высотой $d(004)_{Si}$=0.126 нм. Изображение поперечных срезов Eu/Si и Sr/Si с перестройкой поверхности 5x1 представлены на Рис. 1. (в) и (г), соответственно. В обоих случаях перестройка осуществляется как это показано на вставке к Рис. 1 (в) – 5 атомов выстраиваются не последовательно, а с промежутками, образуя периодичность 5x1. Причем, так же, как и в предыдущем случае, в области ступени происходит поворот домена с перестроенной поверхностью на 90^0 – это показано на Рис.2 (а). Двумерные спектры Фурье, полученные от участков поверхности с различной ориентацией доменов приведены на Рис.2 (б) и (в). Как оказалось, на спектрах Фурье от поверхности со сверхструктурой 5x1 в направлении, перпендикулярном электронному пучку, происходит затухание максимумов, что полностью совпадает с результатами моделирования.

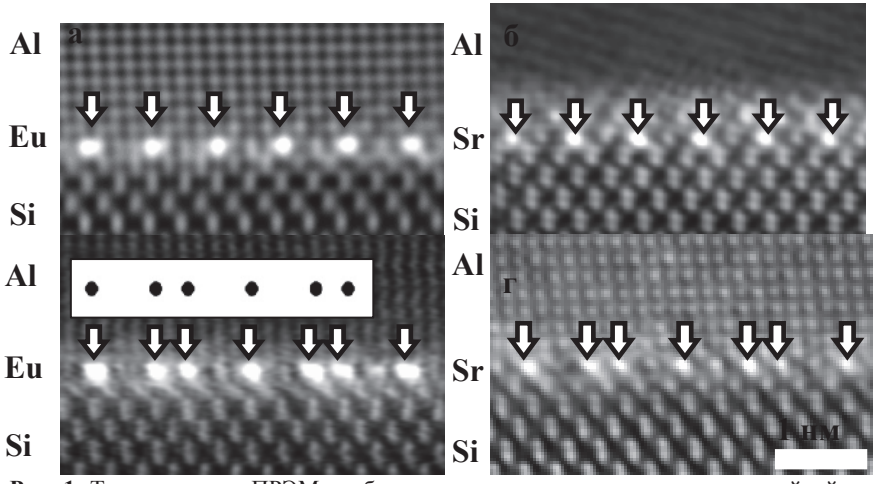


Рис. 1. Темнопольные ПРЭМ изображения поперечных срезов с перестройкой поверхности: (а) - 2x1 Eu/Si, (б) - 2x1 Sr/Si (в) - 5x1 Eu/Si и (г) - 5x1 Sr/Si. На вставке схематично представлена наблюдаемая периодичность. Масштаб изображений одинаков.

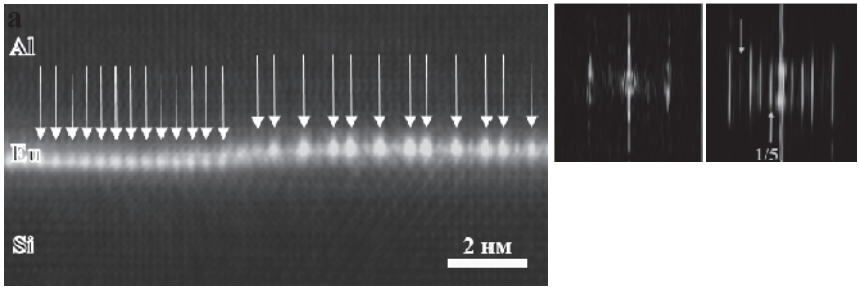


Рис. 2. (а) Темнопольное ПРЭМ изображение поперечного среза Eu/Si с перестройкой поверхности в области; б) двумерный спектр Фурье от левой половины изображения (а); в) двумерный спектр Фурье от правой половины изображения (а).

Работа частично выполнена на оборудовании Ресурсного Центра Зондовой и Электронной Микроскопии (Курчатовский Комплекс НБИКС- технолгий, НИЦ “Курчатовский институт”) при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 16-07-00204) и Российского научного фонда (грант 14-19-00662).

Микроструктура границы раздела EuO/Si

К.Г. Каратеева[1], И.А. Каратеев[1], Д.В. Аверьянов[1], А.М. Токмачев[1], В.Г. Сторчак[1], А.Л. Васильев[1]

[1] *НИЦ Курчатовский институт, Москва, Россия*

Формирование пленок EuO на подложках Si важно с точки зрения возможного совмещения одного из наиболее перспективных материалов спинтроники с кремниевыми технологиями. При этом необходимо не только полностью контролировать микроструктуру границы раздела EuO/Si, но и иметь возможность сознательно ею управлять. В настоящей работе представлены результаты изучения методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии кристаллической структуры и состава пленок EuO на (001)Si и соответствующих границ раздела. Исследования проведены на просвечивающем/растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI,США) оборудованном корректором сферической аберрации пробы, кольцевым темнопольным высокоугловым детектором электронов, энергодисперсионным рентгеновским спектрометром и спектрометром потерь энергии электронов при ускоряющем напряжении 300 кВ. Поперечные срезы образцов приготовлены в электронно-ионном микроскопе Гелиос (FEI, США) и без нарушения вакуума защищены от окисления с обеих сторон поверхностей среза тонкими слоями углерода.

Результаты исследования показали, что структура пленки соответствует кубической гранецентрированной EuO. Микроструктура границы раздела зависит от условий формирования пленки: возможно формирование: А) - тонкого поликристаллического слоя $EuSi_2$ [1] (Рис. 1); Б) – атомно-гладкой и резкой границы раздела EuO/Si (Рис.2). В случае формирования эпитаксиальной пленки EuO на (001)Si несоответствие в параметрах кристаллической решетки образца и подложки разрешается формированием ряда дислокаций несоответствия, локализованных на границе раздела и прорастающих дефектов упаковки с плоскостью залегания параллельно {111}. Промежуточные слои, как правило, характеризовались сравнительно однородной толщиной, но не атомарно гладкими границами раздела. Спектроскопия потерь энергии электронов подтвердила, что атомы Eu в пленке характеризуются валентностью +2.

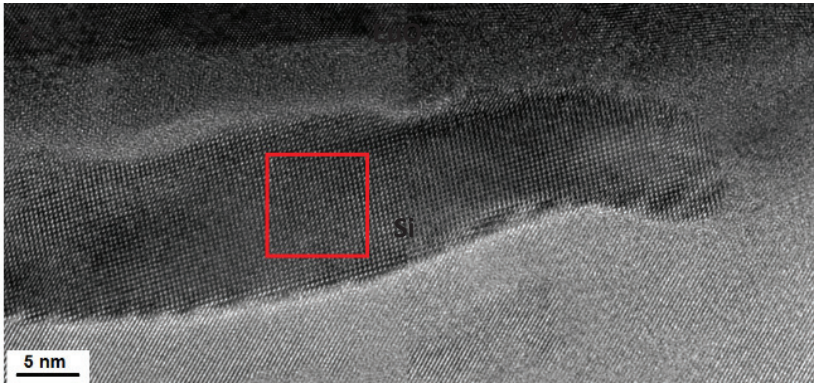


Рис. 1. а – Светлопольное ПЭМ высокого разрешения границы раздела пленки EuO/(001)Si с промежуточным слоем $EuSi_2$

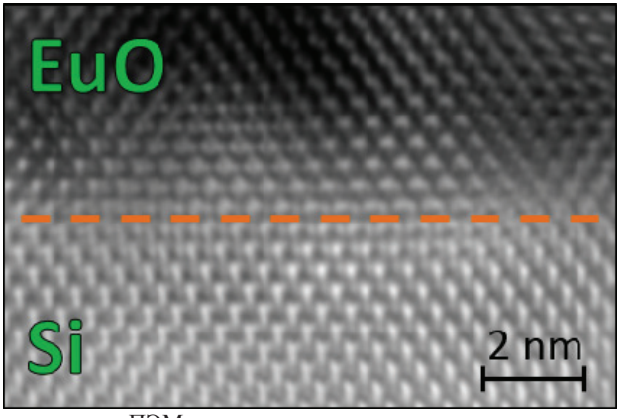


Рис. 2. Светлопольное ПЭМ высокого разрешения границы раздела пленки EuO/(001)Si.

Работа частично выполнена на оборудовании Ресурсного Центра Зондовой и Электронной Микроскопии (Курчатовский Комплекс НБИКС- технологий, НИЦ “Курчатовский институт”) при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 16-07-00204) и Российского научного фонда (грант 14-19-00662).

Количественный анализ поля деформации дислокаций несоответствия на границе раздела Al/GaAs(100)

М.В. Ловыгин[1], Н.И. Боргардт[1], И.П. Казаков[2]

1 Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, Зеленоград, площадь Шокина, д.1, Россия
2 Физический институт им. П.Н.Лебедева РАН, 119991 ГСП-1 г. Москва, Ленинский проспект, д.53, Россия

Дислокации несоответствия (ДН) играют важную роль в релаксации напряжений несоответствия в системах «металл-полупроводник» и могут влиять на характеристики формируемых на их основе приборов. Поэтому весьма актуальным является изучение структуры таких дефектов и связанных с ними полей деформации кристаллической решетки. С появлением современных методов исследования, таких как высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия (ВРЭМ), и методов цифровой обработки получаемых изображений стало возможным исследовать подобные дефекты с атомным разрешением.

Настоящая работа посвящена исследованию методом ВРЭМ тонкого слоя Al, выращенного на подложке GaAs(100). При помощи цифровой обработки высокоразрешающих изображений области границы раздела материалов методом геометрической фазы получена количественная информация о распределении поля деформации, обусловленных ДН. Экспериментальные данные количественно сравнивались с результатами расчета по известным теоретическим моделям краевых дислокаций.

Тонкий слой Al толщиной 45 нм был выращен методом молекулярно-лучевой эпитаксии при температуре около 100 °C, а для структурных исследований использовались приборы Philips CM200 UT-FEG и Titan Themis 200, оборудованный корректором сферической аберрации, при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Высокоразрешающее изображение области границы раздела, содержащей ДН, приведено на рис. 1а. Для визуализации распределения поля деформации, обусловленного ДН, был применен метод геометрической фазы. В результате было выявлено поле деформации ε_{xx} кристаллических плоскостей типа GaAs(022) и Al(002) перпендикулярных границе раздела (рис. 1б).

Для количественного сравнения с экспериментом были использованы несколько моделей краевой дисклокации: континуальная модель (рис. 1в), модель Пайерлса-Набарро (рис. 1г) и модель Формена (рис. 1д, 1е), имеющая варьируемый параметр a. Как видно из рис. 1д и 1е, при увеличении

этого параметра поле деформации сжимается в вертикальном направлении и несколько растягивается в горизонтальном.

Как видно из сравнения рис. 1б и 1в-е, первые две модели недостаточно хорошо описывают экспериментальное распределение из-за наличия четырех характерных лепестков (рис. 1в и 1г), а модель Формена, напротив, лучше соответствует экспериментальным данным. Для поиска величины параметра *a*, при которой модель и результаты эксперимента наилучшим образом согласуются друг с другом, вычислялось среднеквадратическое отклонение модуля разности экспериментального и расчетных распределений в кольцевой области с центром в ядре ДН (рис. 1д). Далее производился поиск значения параметра, при котором достигался минимум этой величины, и наилучшее соответствие было найдено при *a*=3,7 (рис. 1д).

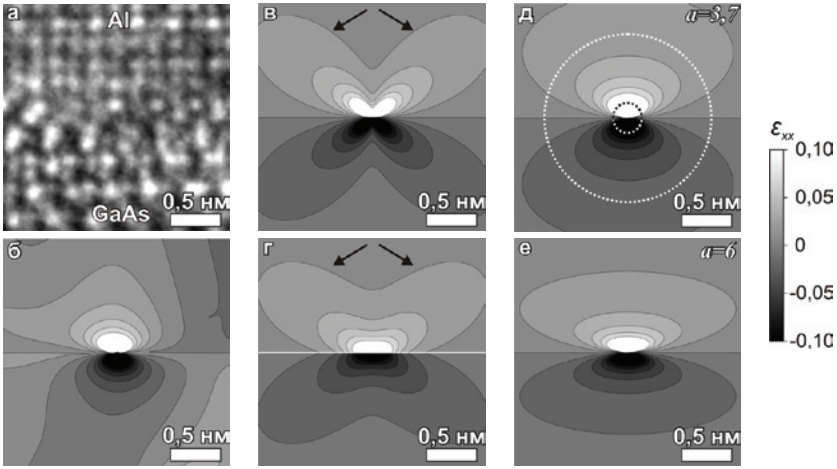


Рис. 1. а – высокоразрешающее изображение области границы раздела Al/GaAs(100); б – соответствующее экспериментальное поле деформаций ДН; расчетные поля деформаций в континуальной модели (в), модели Пайерлса-Набарро (г) и Формена (д, е). Стрелками на рис. в и г показаны характерные лепестки поля деформации. На рис. д точечным контуром показана кольцевая область, использованная для определения параметра *a*.

Таким образом, проведено количественное сравнение полей деформации ДН в системе Al/GaAs(100), выявленных с помощью анализа высокоразрешающих изображений методом геометрической фазы, с различными теоретическими моделями. Установлено, что такие ДН наилучшим образом описываются в рамках модели Формена с параметром *a*, близким к 4.

Изучение параметров пористости стали 12Х18Н10Т после облучения в реакторе БОР-60 до дозы 150 сна

Д.Е. Маркелов, А.В. Обухов, В.С. Неустроев, Е.И. Макаров

АО "ГНЦ НИИАР", Ульяновская обл., г. Димитровград

Низкотемпературное нейтронное облучение (280-400^{o}C) сталей аустенитного класса создаёт в них при определённой температуре и повреждающей дозе пористую микроструктуру, которая в свою очередь изменяет свойства материала на макроуровне. Исследования микроструктуры стали Х18Н10Т особенно актуальны в связи с продлением назначенного срока службы реакторов ВВЭР, так как большая часть внутрикорпусных устройств этих реакторов изготовлена из этой стали в аустенизированном состоянии. В связи с этим интересными и актуальными являются исследования экранных сборок реактора БОР-60 и особенно сборки Э-65, облучённой в течение почти 41 года до рекордной повреждающей дозы 150 сна.

В работе представлены результаты исследований пористой микроструктуры образцов стали 12Х18Н10Т, вырезанных из чехла экранной сборки реактора БОР-60, облучённого при температурах 330-380°С. Из шестигранного чехла вырезались квадратные образцы, которые затем утонялись до толщины примерно 0.2 мм, с последующим вырубанием из них дисков диаметром 3 мм. В связи с тем, что образцы облучался до столь высокой дозы в реакторе, была пересмотрена методика подготовки образцов, режимы утонения и полировки. При ТЭМ-исследовании облучённых образцов стали обнаружены вакансионные поры (Рис.1). Получены параметры пористости, максимальный и минимальный и средний диаметр пор, суммарный объём пор, так же была определена концентрация пор, распухание и объёмная доля пор в материале образца.

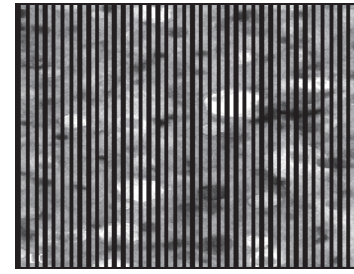


Рис. 1. Микроструктура стали 12Х18Н10Т после облучения в реакторе БОР-60 41 год до повреждающей дозы 150 смещений на атом.

Полученные микроструктурные данные могут быть использованы для пополнения базы данных по радиационной стойкости стали Х18Н10Т, необходимые для обоснования продления срока службы внутрикорпусных устройств реактора БОР-60 и энергетических реакторов типа ВВЭР.

ПЭМ исследование монокристаллического слоя полуполярного нитрида галлия, выращенного на Si(001) подложке

А.В. Мясоедов, А.Е. Калмыков, Л.М. Сорокин, В.Н. Бессолов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия

Нитрид галлия как прямозонный полупроводник с шириной запрещённой зоны 3.4 эВ является одним из основных полупроводниковых соединений для высокочастотной, силовой и оптоэлектроники.

Отсутствие коммерчески доступных нитридгаллиевых подложек приводит к тому, что приборные структуры на основе III-нитридов получают эпитаксией на подложках, для которых характерно значительное рассогласование по параметру решётки между слоем и подложкой, а для уменьшения упругих напряжений и снижения плотности прорастающих дислокаций используют промежуточные слои. Наиболее широко распространено использование Al_2O_3, а также SiC и Si подложек.

Еще одной проблемой III-нитридов со структурой вюрцита является их спонтанная и пьезоэлектрическая поляризации. Дело в том, что собственная поляризация и упругие напряжения на гетерогранице (пьезоэлектрическая поляризация), вызванные несоответствием параметров решётки, приводят к возникновению сильных электрических полей в полярном направлении [0001] структуры вюрцита. Эти поля препятствуют рекомбинации зарядов в активной области, а следовательно, и испусканию квантов света. Решением этой проблемы является рост слоёв III-нитридов в неполярном или полуполярном кристаллографических направлениях.

Представлены результаты исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) структурного состояния полуполярного слоя нитрида галлия, выращенного методом хлоридно-гидридной газофазной эпитаксии (ХГФЭ) на разоориентированной Si[001] подложке с разоориентацией поверхности подложки и плоскости Si(001) порядка 7°. Перед ростом нитридных слоёв на кремниевой подложке оригинальным методом замещения [1] был сформирован тонкий слой карбида кремния (*3C*-SiC) толщиной порядка 100 нм. Структура образца представлена на рис.1 а.

Для полуполярного роста нитрида галлия характерно образование дефектов упаковки (ДУ) параллельных базовой плоскости (0001) в процессе роста. Для данной структуры плотность ДУ в слое GaN составила 7×10^5 $см^{-1}$, а из анализа электронно-микроскопических изображений следует, что им соотвествует вектор смещения типа $\mathbf{R} = 1/6[20\bar{2}3]$, т.е. это ДУ типа I_1 [2]. Также обнаружено, что в слое образуются ДУ только с определённым набором векторов смещения, это связывается с направлением разоориентации кремниевой подложки.

Установленно, что прорастающие дислокации в такой структуре могут взаимодействовать как друг с другом, так и с частичными дислокациями, ограничивающими ДУ (рис.1 б, в, г). Для этих дислокаций определены вектора Бюргерса и составлены дислокационные реакции.

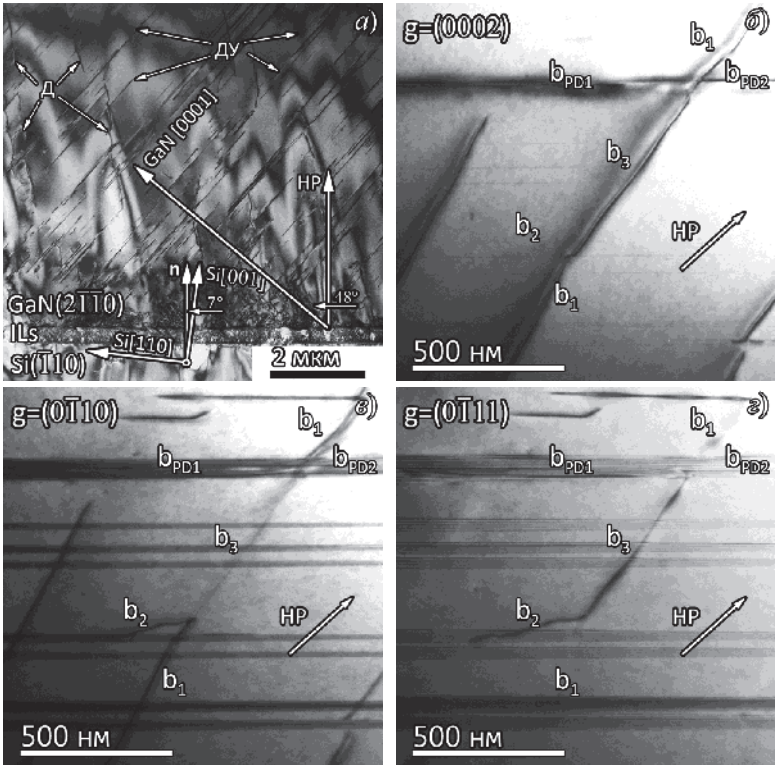


Рис. 1. а) ПЭМ изображение поперечного среза структуры Si(001)/*3C*-SiC/AlN/GaN, на изображении стрелками обозначены: Д – прорастающие дислокации, ДУ – дефекты упаковки, HP – направление роста, ILs – промежуточные слои SiC и AlN; ПЭМ изображения дефектной структуры слоя GaN при различных действующих отражениях: б) для $\boldsymbol{g} = (0002)$; в) для $\boldsymbol{g} = (0\bar{1}10)$; г) для $\boldsymbol{g} = (0\bar{1}11)$. (Philips EM420).

1. *S.A. Kukushkin u A.V. Osipov*, J. Appl. Phys., 2013, 113, 0249091-7.
2. *D.N. Zakharov, Z. Liliental-Weber et al*. Phys. Rev. B., 2005, 71, 235334.

Электронно-микроскопические исследования атомарного строения углеродной фазы вблизи нанокристаллов карбида бора в углеситалле

А. С. Приходько[1], Н. И. Боргардт[1], М. Зайбт[2]

1. Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,124498, г. Москва, Зеленоград, Россия
2. 4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ

Углеродные материалы и различные композиты на их основе благодаря своим уникальным физико-химическим свойствам все чаще используются в современных технологиях. Одним из примеров таких материалов является углеситалл, который используется для создания деталей искусственных клапанов сердца.

Ранние исследования показали, что углеситалл образован турбостратной углеродной фазой (РуС) и монокристаллическими включениями карбида бора B_4C [1]. Сравнение физических свойств этого материала с пироуглеродом выявило, что углеситалл при меньшей плотности обладает большей прочностью. Предположительно, такое различие свойств обусловлено влиянием частиц B_4C на формирование углеродной фазы. Поэтому атомарная структура границы раздела РуС/B_4C представляет особый интерес. В данной работе с применением высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) проводилось изучение границы раздела между кристаллическим включением B_4C и пироуглеродной фазой в углеситалле.

Исследования границы раздела РуС/B_4C проводились в электронном микроскопе Philips CM200 UT-FEG при ускоряющем напряжении 200 кВ. Известно, что из-за несовершенства оптической системы микроскопа контраст на микрофотографиях существенным образом зависит от условий их формирования. Артефакты вызванные эффектом делокализации, обусловленного передаточной функцией микроскопа можно устранить с помощью метода реконструкции волновой функции электрона на выходной поверхности образца (ВФ). Для выполнения этой процедуры в среде MatLab была реализована программа в соответствии с алгоритмом, описанным в [2]. Достоинство такого подхода состоит в том, что распределение фазы ВФ в случае тонких фольг и образцов с частично упорядоченной структурой пропорционально спроецированному вдоль электронного пучка атомному потенциалу. При этом максимумы фазовой карты могут быть сопоставлены с проекциями атомных позиций на выходную поверхность образца.

Для реконструкции ВФ была получена дефокусная серия из 15 ВРЭМ изображений, одно из которых представлено на рис.1а. Пунктирная линия на рис.1 указывает на границу раздела. Справа от линии границы контраст

микрофотографий соответствует структуре B_4C, в которой присутствуют плоскости двойникованая, одна из них показана стрелками. Восстановленная фаза ВФ представлена на рис.1б. В выделенной приграничной области на фазовой карте осуществлялось ее усреднение вдоль границы, как показано стрелкой в области А рис. 1б. Протяженность переходной области, в пределах которой на позиции атомов углерода в турбостратном РуС влияет симметрия монокристаллического B_4C, составила около 2 нм в перпендикулярном к границе направлении. На усредненном вдоль границы РуС/B_4C профиле распределения фазы измерялись межплоскостные расстояния в турбостратном углероде d_1= 0.368 нм и карбида бора d_2= 0.449 нм.

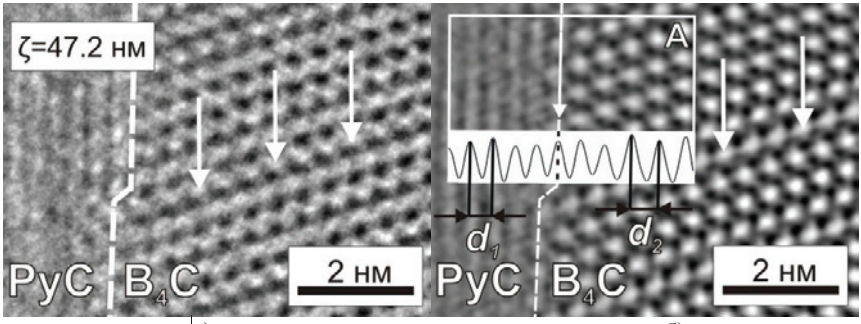


Рис. 1. Высокоразрешающая микрофотография при ζ = -47.2 нм а) и двумерное распределение фазы восстановленной волновой функции б).

Величина d_1 существенно превышает значение, характерное для турбостратного углерода вдали от частицы, 0.343 нм. Предположительно, это связано с обеднением атомами углерода базисных плоскостей во время роста частицы B_4C, приводящего к увеличению межплоскостного расстояния.

Таким образом на основе дефокусной серии ВРЭМ изображений границы раздела РуС/B_4C была восстановлена ВФ. Выявлено влияние трансляционной симметрии B_4C на структуру РуС в переходной области границы. Измеренное на фазовой карте межплоскостное расстояние в турбостратном углероде свидетельствует об его увеличении вблизи границы, что, по-видимому, обусловлено дефектностью базисных углеродных плоскостей.

1. *Волков Р.Л., Боргардт Н.И.,. Кукин В.Н., Агафонов А.В., Кузнецов В.О. Изв. РАН Сер. физ.№ 77. С. 1076. (2013)*

2. *Allen L.J., McBride W., O' Leary N.L., Oxley M. P. Ultramicroscopy. 100. 91. (2004).*

Применение аналитических методов просвечивающей электронной микроскопии для исследования структурно–фазового состояния облученных ультратонких сверхпроводящих пленок NbN.

К.Е. Приходько[1,2], М.М. Дементьева[1]

1 НИЦ «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, Россия
2 Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, г. Москва, Россия

Современные тенденции микроэлектроники требуют создание качественно новых устройств, по своим характеристикам превосходящие полупроводниковую электронику. На сегодняшний день таким требованиям отвечают приборы на основе сверхпроводящих ультратонких пленок.

Одним из возможных вариантов изготовления функциональных криогенных элементов является использование разработанных в НИЦ «Курчатовский институт» методов радиационно-индуцированной управляемой модификации состава и физических свойств материалов в процессе облучения низкоэнергетическими смешанными ионными пучками [1,2].

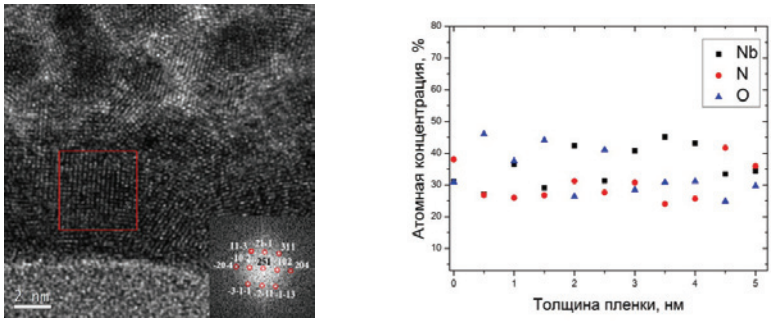
Объектом исследований являлись тонкие сверхпроводящие пленки NbN толщиной 5 нм на подложке из окисленного кремния после ионного облучения. Пленки облучали ионными пучками, состоящими из ионов кислорода и протонов для достижения металлического характера проводимости при температуре 4,2К [3].

Исследования микроструктуры, фазового и химического состава исходных и облученных образцов проводилось методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ) на электронном микроскопе Titan 80 – 300 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Поперечные срезы пленок готовились на установке FIB Helios Nanolab 650. Определение фазового состава отдельных зерен, облученных образцов проводился по дифракционным картинам, полученных с помощью Фурье-преобразования от соответствующих HRTEM изображений. Профиль химического состава экспериментальных образцов определялся в ПРЭМ с помощью анализа спектров энергетических потерь электронов методом относительных концентраций:

$$\frac{N_A}{N_B} = \frac{I_A(\beta,\Delta)}{I_B(\beta,\Delta)} \cdot \frac{\sigma_B(\beta,\Delta)}{\sigma_A(\beta,\Delta)}, \quad (1)$$

где I_A, I_B – интегральные интенсивности пиков после вычитания фона, а σ_A и σ_B – сечение процессов неупругого рассеяния [4].

Исследование дифракционных картин показал, что зерна исходного материала соответствуют фазе NbN кубической сингонии (Fm-3m) с параметром решетки a=0.4394 нм. При дозе облучения ~2 с. н. а. по азоту, наблюдается изменение фазового состава зерен. На рисунке 1а представлен анализ дифракционных картин от отдельных зерен. Установлено образование фазы $NbN_{0,64}O_{1,36}$ моноклинной сингонии (P21/c(14)) с параметрами ячейки a=0.49808 нм, b=0.50250 нм, c=0.52097 нм, α=γ=90°, β=100°. Наряду с зернами фазы $NbN_{0,64}O_{1,36}$ при данных дозах облучения также наблюдаются зерна фазы NbNO моноклинной системы (P21/c(14)) с параметрами ячейки a=0.4977 нм, b=0.50217 нм, c=0.52053 нм, α=γ=90°, β=100°. При дозе облучения 3 с. н. а. и выше наблюдается аморфизация пленок, что видно на светлопольных картинах высокого разрешения. Образование промежуточного оксида ниобия подтверждается данными СХПЭЭ (рисунок 1б). При увеличении дозы до 5 с. н. а. растет доля кислорода, а доля азота падает, что свидетельствует о селективном замещении атомов азота на атомы кислорода.



а) *б)*

Рис. 1. а) светлопольное HRTEM изображение поперечного среза пленки NbN после облучения до дозы 2 с.н.а. по азоту; б) профиль распределения элементов по глубине по данным СХПЭЭ в пленке нитрида ниобия после облучения до дозы 2 с.н.а.

Работа поддержана Министерством образования и науки РФ – соглашение о предоставлении субсидии № 14.607.21.0005 (уникальный идентификатор RFMEFI60714X0005).

1. *Б.А. Гурович, К.Е. Приходько, Е.А. Кулешова, К. И. Маслаков, Д.А. Комаров.* ЖЭТФ, 2013, 143, 1062-1076.

2. *Б.А. Гурович, М.А. Тархов, К.Е. Приходько, Е.А.Кулешова, Д.А.Комаров, В.Л.Столяров, Е.Д.Ольшанский и др.* Российские нанотехнологии, 2014,9,7–8,16-20.

3. *B. A. Gurovich, K. E. Prikhodko, M. A. Tarkhov, A. G. Domantovsky, D. A. Komarov, B.V. Goncharov, E A Kuleshova.* Micro and Nanosystems, 2015, 8, 1-8.

4. *D. Williams, A. Carter.* Electron microscopy. New York: Springer, 2009.

Моделирование неупругого рассеяния быстрых электронов на внутренних оболочках колонки атомов кремния в кристалле германия

Н.В. Рудич, Н.И. Боргардт, А.В. Зыков

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

Спектроскопия энергетических потерь быстрых электронов является одним из методов аналитической просвечивающей электронной микроскопии. Суть метода сводится к измерению и анализу интенсивности электронов, вступивших в неупругие взаимодействия с атомами образца. Исследование конфигураций различных атомов может быть выполнено с использованием электронов, ионизировавших внутренние атомные оболочки. При этом они теряют энергию, характерную для каждого атома. Корректная интерпретация атомных конфигураций на основе фильтрованных по энергии микрофотографиях возможна путем моделирования интенсивности электронов с характеристическими потерями энергии на выходной поверхности кристалла.

Развитый в работах [1] метод расчета фильтрованных по энергии микрофотографий отдельных атомов, позволяет моделировать распределения интенсивности на изображениях атомных конфигураций. В этом случае интенсивность на выходной поверхности кристалла определяется как сумма некогерентных вкладов от ионизации быстрыми электронами отдельных атомов. Вычисление матричного элемента возбуждения атома, которое является неотъемлемой частью моделирования, выполняется с использованием точных волновых функций, полученных численно для начального и конечного состояния возбуждаемого атомного электрона [2].

В данной работе моделируется неупругое рассеяние электронов с энергией 300 кэВ на внутренних оболочках колонки атомов кремния в кристалле германия. Фильтрованные по энергии изображения при симметричной ориентации кристалла германия толщиной 90 нм для случаев ионизации *K*-оболочки с потерей энергии быстрым электроном ΔE=1850 эВ и *L*-оболочки с потерей энергии ΔE=125 эВ, представлены на рис.1 (а, в). Видно, что при ионизации *L*-оболочки увеличивается абсолютное значение интенсивности и размер изображения атомной колонки. Кроме того, существенно возрастает величина размытия (*d*) на изображении, которая определяется от уровня в 80% максимальной интенсивности до 0. Соответствующие профили интенсивности показаны на рис.1 (б, г). Полученный эффект позволяет продемонстрировать характерную зависимость между матричным элементом возбуждения атома и соответствующим изображе-

нием атомной конфигурации: «узкий» (*L*-край) матричный элемент, дает более широкое изображение. Величина размытия возрастает при переходе от *K*- к *L*-краю примерно в 2 раза.

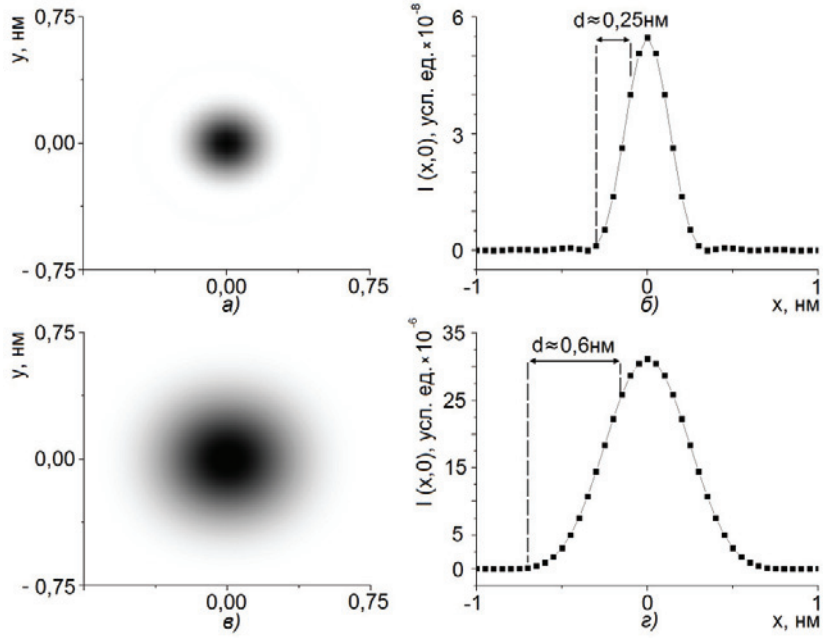


Рис. 1. Фильтрованные по энергии изображения колонки атомов кремния в кристалле германия и соответствующее изменение интенсивности электронов с характеристическими потерями энергии вдоль оси Ox: при ионизация *K*-оболочки (а,б) и *L*-оболочки (в,г).

Таким образом, показано, что представленный метод позволяет моделировать неупругое рассеяние быстрых электронов на внутренних оболочках слоев атомов кремния в кристалле германия для случаев ионизации *K*- и *L*-оболочек.

1. *Н.И. Боргардт, С.Ф. Крамар* Изв. РАН. Сер. физическая. 1993.Т.57, №2.С.77

2. *M.P. Oxley, L.J. Allen.* (1998). *Phys. Rev. B*, 57, 3273-3282

Исследование температурно-временных особенностей формирования γ'-фазы в жаропрочном никелевом сплаве ЭП741НП методами ПЭМ в динамических in situ экспериментах с нагревом образца

Д.В. Рынденков[1], Е. Рыбанцова[1], П.Р. Казанский[2], Т.Г. Дмитриева[2]

1 ОАО «Ступинская Металлургическая компания», г.Ступино МО, РФ
2 ООО «Системы для Микроскопии и Анализа», г. Москва, РФ

Жаропрочные никелевые сплавы, или, как из называют в зарубежной литературе, «суперсплавы» относятся к многокомпонентным системам. В состав наиболее легированных может входить более десятка основных и до пяти микролегирующих элементов.

Уникальные свойства суперсплавов связаны с их фазовым составом. Матрица суперсплавов представлена плотноупакованной аустенитной γ-фазой с г.ц.к. решеткой. Упрочняющая γ'-фаза, представляющая собой интерметаллидное соединение Ni3(Al, Ti) также имеет г.ц.к. решетку и когерентна матрице. В зависимости от степени несоответствия параметров решетки матрицы и γ'-фазы, её выделения могут иметь сферическую, кубическую, пластинчатую и иную форму [1, 2]. При повышении температуры γ'-фаза растворяется в матрице и сплав переходит в однофазную область. Для наибольшего количества сплав эта температура составляет 1100-1200 ºС [3].

Сплав ЭП741НП был разработан начале 80-х годов прошлого века специально для изготовления дисков и других элементов турбины авиационного двигателя методом металлургии гранул. В настоящее время это самый массовый отечественный гранулируемый сплав, используемый в двигателестроении. Его получают путём однократного либо двойного вакуумного переплава, после чего распыляют в аргоно-гелиевой смеси на гранулы размером 50-140 мкм, из которых методом горячего изостатического прессования получают заготовку диска, максимально приближенную по форме к конечному изделию. Температура полного растворения γ'-фазы у него составляет 1190 ºС [4].

Целью настоящей работы является уточнение диаграммы фазовых превращений при старении сплава ЭП741НП с определением фазовых областей реализации максимальных жаропрочных свойств в динамическом эксперименте с нагревом образца in situ в колонне ПЭМ.

Изучаемый образец взят от кольцевого припуска серийного диска, прошедшего полный технологический цикл, включая термическую обработку, заключающуюся в закалке из однофазной области и последующем двухступенчатом старении.

Для приготовления образца использовалась двухлучевая установка FEI Helios 660i, оснащенная электронной и ионной колоннами (FIB/SEM), газоинжекционной системой и микроманипулятором для извлечения и перемещения образца. Финальное доутонение образца осуществлялось фокусированным ионным пучком на нагревательном элементе МЭМС чипа DENSsolutions.

Готовый образец на МЭМС чипе крепился в специальном держателе DENSsolutions, оснащенном четырехконактными вводами для нагрева и контроля температуры образца. Система управления экспериментом обеспечивает динамический нагрев / охлаждение образца с произвольной скоростью (до > 300 ºС/мс) при точности контроля температуры < 0,5 ºС.

Структурное исследование температурно-временных особенностей фазовых превращений в сплаве ЭП741НП в температурном диапазоне 900 – 1300 ºС, проведенное в колонне просвечивающего электронного микроскопа FEI Tecnai G2 F20, позволило получить следующие результаты:

- Описана динамика формирования γ'-фазы на начальных стадиях старения.
- Проведено уточнение построенной ранее диаграммы фазовых превращений при старении (ДФПС), установлены температурно-временные области существования фаз с определением фазовых областей реализации максимальных жаропрочных свойств.

Проведенное исследование позволяет в перспективе получать различные фазовые композиции, соответствующие требуемому комплексу свойств и обосновывает применение ступенчатых режимов термообработки сплава ЭП741НП.

1. Ч. Симс, В. Хагель Жаропрочные сплавы. Пер. с английского. М., Металлургия, 1976, 568 с.

2. Суперсплавы II: жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок / Под. ред. Симса Ч.Т., Столлофа Н.С., Хагеля У.К. Пер. с английского. в 2-х книгах. Кн. 1 / Под ред. Шалина Р.Е. – М., Метеллургия, 1995. 384 с.

3. Логунов А.В., Шмотин Ю.Н. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин (материалы и технологии). – М.: Наука и технологии, 2013.

4. Л.Б. Бер, В.И. Еременко, Е.Ю. Пономорёва и др. Влияние режимов закалки на морфологию частиц g'-фазы и предел текучести заготовок турбинных дисков из гранулированного сплава ЭП741НП // Технология лёгких сплавов, №1, 2008, с. 37-46.

Применение дифракционных методик для определения характеристик фаз сходных по кристаллической структуре на примере фаз Q-типа в сплавах системы Al-Mg-Si-Cu

С.В. Сбитнева[1], Д.В. Зайцев[1], Н.И. Колобнев[1]

1 ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», г. Москва, ул. Радио, д.17, 105005, Российская Федерация

В настоящей работе дифракционными методами [1] просвечивающей электронной микроскопии исследованы фазовые превращения, морфология и строение фаз при старении сплава 6013 системы Al-Mg-Si-Cu. В сплаве 6013 имеются две равновесные фазы: кубическая β (Mg_2Si) – фаза (пространственная группа Fm3m типа CaF_2 (a=0.639 нм)) и гексагональная Q ($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$) – фаза (a=1.032 нм; c=0.405 нм) [2, 3].

В состаренном по режиму 230 °С, 32 часа сплаве 6013, установлено существование четырех фаз с кристаллической структурой, промежуточной между структурой пересыщенного твердого раствора и структурой равновесной Q – фазы ($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$). Указанные фазы имеют гексагональную кристаллическую решетку со следующими периодами: Q_1' a_1 = 0.237 нм, c =0.405 нм; Q_2' a_2 = 0.453 нм, c = 0.405 нм; Q_3' a_3 = 0.276 нм, c = 0.405 нм; Q_4' a_4 = 0.384 нм, c = 0.405 нм.

С применением метода перефокусировки проведена идентификация различных метастабильных модификаций фаз Q-типа. Результаты темнопольных исследований показали, что частицы Q_1'-фазы имеют форму стержней, ориентированных вдоль $<100>_{Al}$ (рис. 1а); частицы Q_2'-фазы (рис. 1б), частицы Q_3'-фазы (рис. 1в) и частицы Q_4'-фазы (рис. 1г) имеют форму реек, вытянутых вдоль направления $[100]_{Al}$ с габитусом $\{320\}_{Al}$.

С применением просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, показано, что в процессе искусственного старения формируются четыре фазы, обозначенные как Q_1', Q_2', Q_3' и Q_4'. Установлено, что частицы имеют сложное строение и состоят из отдельных фрагментов, имеющих кристаллическую решетку с гексагональными ячейками.

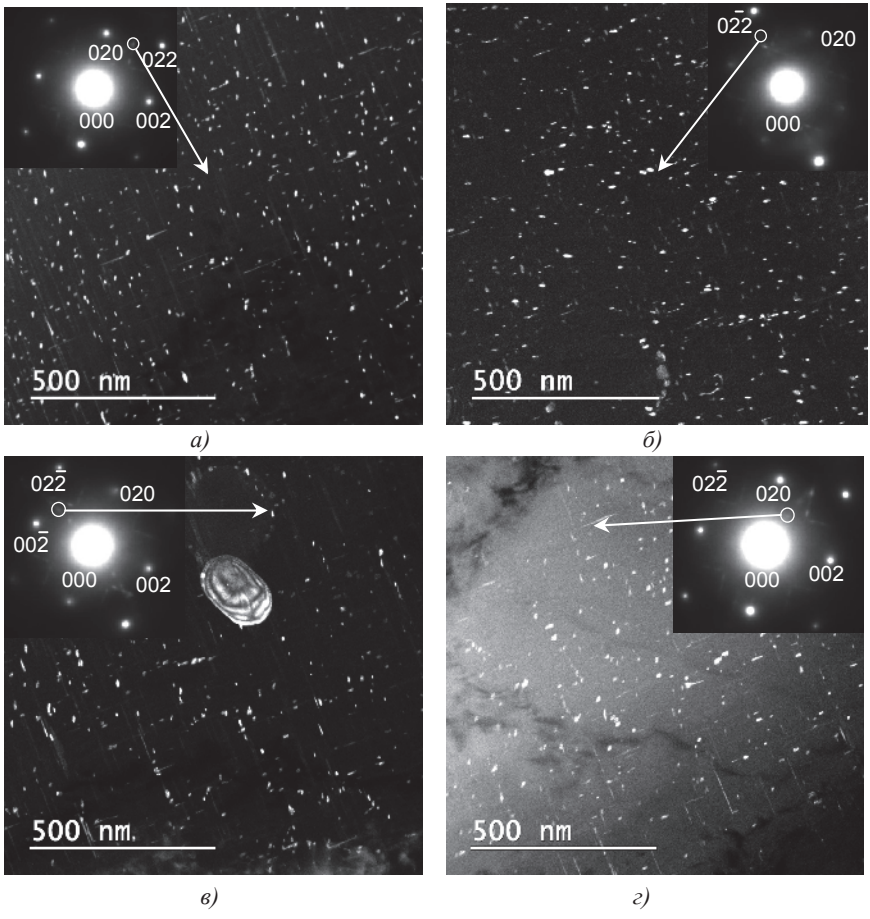


Рис. 1. Изображения ПЭМ (Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP) частиц фаз Q –типа. (а) Частицы Q_1'-фазы в ее рефлексах. (б) Частицы Q_2'-фазы в ее рефлексах. (в) Частицы Q_3'-фазы в ее рефлексах. (г) Частицы Q_4'-фазы в ее рефлексах. Ось зоны $<100>_{Al}$.

1. *П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан.* Электронная микроскопия тонких кристаллов. М: Мир. 1968. 568.

2. *D.J.Chakrabarti.* Automotive Alloys II Edited by S.K.Das, 2002, Vol. 369-402, 947-952.

3. *R.S. Kaneko, L. Bakow, E.W. Lee.* Aluminium Alloy 6013 Sheet for New U.S. Navy Aircrraft. JOM, 1990, v. 42, 5, 16–18.

Секция 2.
Электронная микроскопия в исследовании новых материалов и наноструктур

Особенности структуры карбида бора после деформации в алмазных наковальнях

М.Р. Анненков[1,2], Б.А. Кульницкий[1,2], И.А. Пережогин[1,2], Д.А. Овсянников[1], М.Ю. Попов[1,2], В.Д. Бланк[1,2]

[1]ФГБНУ «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов»,142190, г. Москва, г. Троицк, Россия
[2]Московский физико-технический институт (государственный университет), г. Долгопрудный, Московская обл., Россия

В настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) были исследованы структурные особенности B_4C, обработанного в камере высокого давления типа алмазных наковален со сдвигом. Обнаружено, что деформирование карбида бора в алмазных наковальнях ведет к растрескиванию частиц преимущественно по плоскостям {102} и {101}. Были получены дифрактограммы и изображения высокого разрешения на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL JEM-2010 (ускоряющее напряжение 160 кВ), оборудованном EDS и EELS приставками.

Карбид бора отличается широким набором химических, физических и механических свойств, поэтому его использование в современной технике достаточно обширно. Наиболее значимыми характеристиками карбида бора являются прочностные свойства, так как использование B_4C часто связано с высокоинтенсивными ударными нагрузками. Процесс деформации B_4C был исследован в ряде работ [1-3].

Данные исследования B_4C проводились под давлением в сдвиговой камере с алмазными наковальнями "СКАН", подробное описание камеры представлено в работе [4]. Диаметр рабочей площадки алмазных наковален составлял от 0,3 до 0,5 мм. Исходный материал загружался в стальную гаскету и помещался между двумя наковальнями. Диаметр отверстия в гаскете, куда помещался образец, составлял половину диаметра рабочей поверхности наковальни. В опытах использовался карбид бора в виде порошка с зернистостью 15 мкм. Образцы B_4C нагружались одноосным сжатием до давления 25-55 ГПа. После достижения заданного давления образцы подвергались сдвиговой деформации путем поворота наковален друг относительно друга вокруг оси нагрузки. Угол поворота во всех случаях составлял 90^o. После поворота давление в образце снижалось на 1-2 ГПа.

На рис.1 а показаны трещины по плоскостям {101}, обнаруженные в образце, обработанном давлением 25 ГПа. При анализе полученных данных обнаружено, что из 20 найденных трещин 6 раз встречается плоскость {101} и 9 раз плоскость {102}. Поэтому можно заключить, что при деформации карбида бора в камере высокого давления типа алмазных наковален

со сдвигом образец преимущественно растрескивается вдоль плоскостей {102} и {101}.

При исследовании образца карбида бора, обработанного при давлении

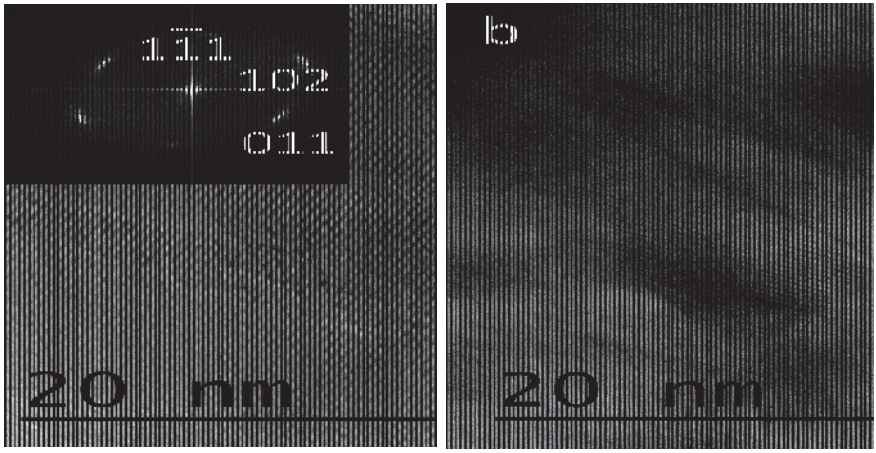


Рис. 1. Трещины в карбиде бора: a) в плоскости (101); b) в плоскости (102).

35 ГПа, также были обнаружены трещины преимущественно в плоскостях {102} и {101} ({102} в 6 случаях из 10, {101} в 3 случаях). При приложении большего давления (55 ГПа) наряду с уже наблюдавшимися трещинами в плоскости (102) (рис. 1 b) были обнаружены трещины в плоскостях {203} и двойники с плоскостью двойникования (203).

Таким образом, в результате проведенной работы установлено, что при обработке образца B_4C в сдвиговой камере высокого давления с алмазными наковальнями в широком диапазоне давлений (25-55 ГПа) образуются два вида дефектов: трещины в плоскостях {102}, {101} и {203} и двойники с плоскостью двойникования (203). Обсуждаются возможные причины такого поведения карбида бора.

Список литературы

1. *D. Ge, V. Domnich, T. Juliano, E.A. Stach, Y. Gogotsi,* "Structural Damage in Boron Carbide Under Contact Loading," *Acta Mater*., 52 [13] 3921–7 (2004).

2. *D. Ghosh, G. Subhash, C.H. Lee, and Y.K. Yap*, "Strain-Induced Formation of Carbon and Boron Clusters in Boron Carbide During Dynamic indentation," *Appl. Phys. Lett*., 91 [6] 061910 (2007).

3. *D. Ghosh, G. Subhash, T.S. Sudarshan, R. Radhakrishnan, and X.L. Gao,* "Dynamic Indentation Response of Fine-Grained Boron Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, 90 [6] 1850–7 (2007).

4. *V.D. Blank, A.J. Zerr*, "Optical chamber with diamond anvils for shear deformation of substances at pressures up to 96 GPa," *High Press Res*, [84] 567–71(1992).

Нанотвердость и структура фольги сплава Pd-Cu, созданной магнетронным распылением и конденсацией

М.С. Антонова[1], Е.К. Белоногов[1], В.М. Иевлев[1], А.И. Донцов[1], А.А. Максименко[1], М.Ю. Пресняков[2]

1 Воронежский государственный университет, 394006, г. Воронеж, Университетская пл., д. 1, Россия
2 Курчатовский институт, 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1. Россия

Эффективные мембраны глубокой очистки водорода создают из палладия и его сплавов [1, 2]. Цель работы – разработка физико-технологических основ создания мембран из ультратонкой конденсированной фольги PdCu. Методом наноиндентирования исследована твердость ультратонкой фольги, созданной магнетронным распылением сплавной мишени PdCu и конденсацией в вакууме. Для выявления эффекта наводорожения наноиндентирование проводили до и после изотермического отжига фольги в вакууме и водороде. Наноиндентирование фольги не вызывает трещин, но формирует наплывы вследствие экструзии материала (рис.1).

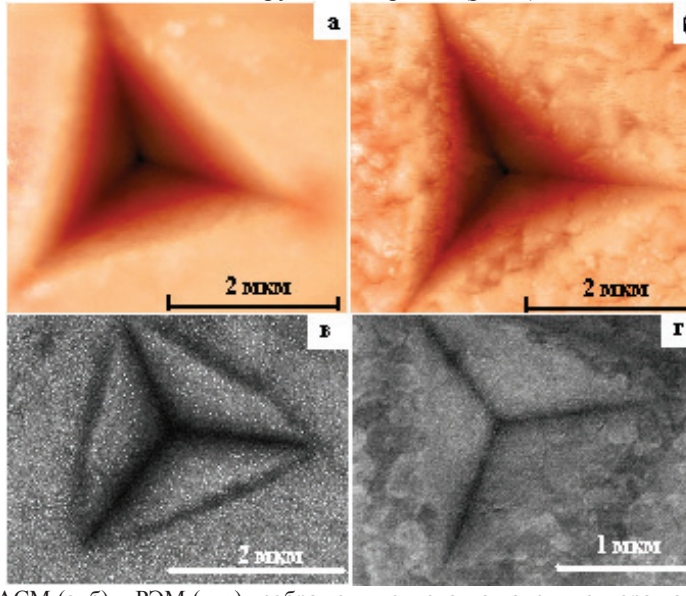


Рис. 1. АСМ (а, б) и РЭМ (в, г) изображения отпечатка наноиндентора на фольге со стороны подложки (а, в, г), фронта роста (б); а,б) исходная фольга; в) отжиг в водороде; г) отжиг в вакууме.

После снятия нагрузки отпечаток грани индентора имеет форму дуги вследствие упругого возврата деформированного материала в плоскости фольги. На более гладкой межфазной границе фольги, сконденсированной без нагрева (рис. 2 а), отпечаток грани индентора прямолинейный, т.е. в деформированном слое упругий возврат незначительный.

Установлено, что структура фольги, сконденсированной на подогреваемой подложке, имеет высокую плотность микродвойников, а без нагрева - их нет. Это обусловлено фазовым составом фольги: на неподогреваемой подложке формируется упорядоченный твердый раствор PdCu; а на подогреваемой – неупорядоченный. На профильном РЭМ изображении фольги выявлены анизотропия и градиент размера зерен по толщине фольги (рис. 2а). Максимальная нанотвердость зарегистрирована у межфазной границы с подложкой для фольги, сконденсированной без нагрева. Установлено уменьшение доли упругой деформации с повышением нагрузки индентирования, особенно у свободной поверхности фронта роста фольги (до 40%). Модуль упругости и нанотвердость фольги, полученной без нагрева, на 30-90% выше, чем те же величины для фольги, полученной при 670 К. Изотермическая выдержка, как в вакууме, так и в водороде при 1120К в течение 30 мин. вызывает схожие структурные изменения – исчезает градиентная зёренная структура (рис. 2б,в).

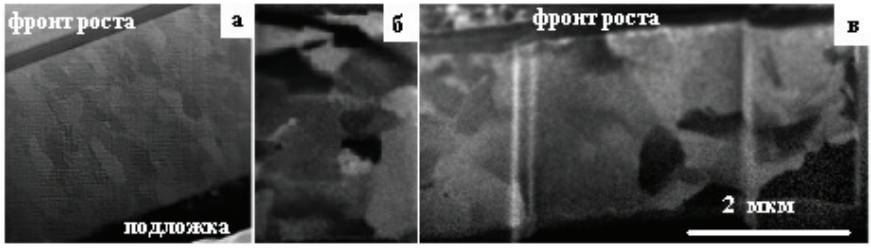


Рис. 2. РЭМ изображения поперечного среза фольги: а) исходная фольга, сконденсирована без нагрева; б) отжиг в вакууме; в) отжиг в водороде.

Выявлены эффекты наводорожения: твердость приповерхностных слоев после пропускания водорода возрастает на 50%; модуль Юнга становится практически одинаковым для всех режимов индентирования; возрастает доля упругой деформации. Важно, что возрастание твердости и модуля Юнга, наиболее существенно со стороны свободной поверхности фольги.

При магнетронном распылении и конденсации в вакууме из-за эволюционной селекции и конденсационно-стимулированной рекристаллизации формируется градиентная зёренная структура сплава Pd-Cu - первопричина зависимости твердости фольги от стороны проведения испытания и величины нагрузки. Работа поддержана грантом РФФИ 16-38-50029 мол_нр.

1. *Yang J., Komaki M.,* and etc Int. J. Hydrogen Energy. 2007, 32, № 12, с. 1820.
2. *Wang W., Pan X., Zhang X.* Separ. and Purif. Technol. 2007, 54, № 2, с. 262–271

Морфология, структура и свойства композитов на основе бактериальной целлюлозы *Gluconacetobacter xylinum* и нанокристаллов гидроксиапатита

Н.А. Архарова[1], А.В. Северин[2], Е.И. Суворова[1], А.К. Хрипунов[3], В.В. Клечковская[1]

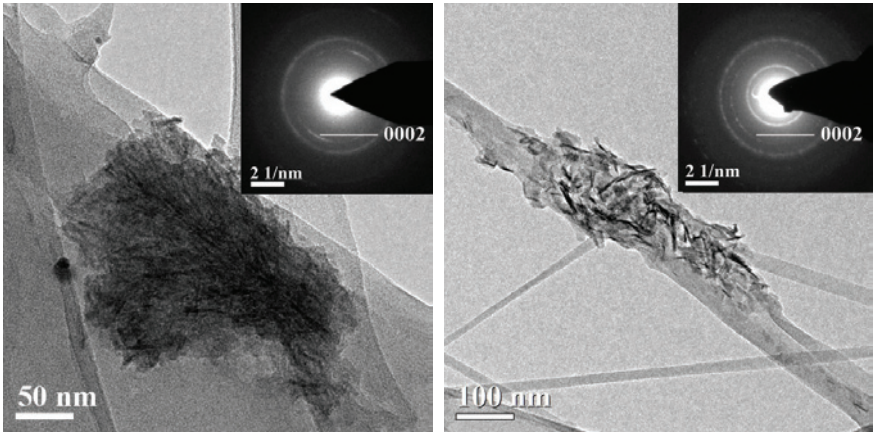
1 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Ленинский пр.,59, Россия
2 Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, химический факультет, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы 1-3, Россия
3 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений РАН, г. Санкт-Петербург, В. О. Большой пр. 31, Россия

Интерес к созданию искусственных материалов максимально приближенных к естественной костной ткани стремительно растет. В настоящее время лидирующая роль отдается композиционным материалам на основе природных полимеров (хитин, хитозан, шелк, целлюлоза и др.). При этом важно, чтобы полученный материал был близок по структуре и свойствам к своему естественному аналогу. Среди природных целлюлоз бактериальная целлюлоза (БЦ) является полимером, образующим 3D структуру из кристаллических фибрилл/лент и может служить прочной основой имплантата костной ткани. Композиты на основе БЦ и нанодисперсного гидроксиапатита (ГАП), являющегося основной компонентой минеральной составляющей костной ткани, активно исследуются и апробируются в качестве перспективных материалов для костной инженерии [1,2].

В настоящей работе композиты на основе бактериальной целлюлозы и нанокристаллов гидроксиапатита были получены двумя способами: 1- смешиванием суспензий БЦ и ГАП, 2- синтезом ГАП в среде БЦ. В первом и во втором случае варьировали массовое соотношение компонентов (БЦ/ГАП – 1/25, 1/4, 1/1), что было обусловлено поиском условий создания материалов с управляемыми физическими характеристиками, поскольку костная ткань неоднородна по своим структуре и свойствам.

Исследования структуры полученных композитов были проведены методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, методом электронной дифракции. Обнаружено, что нанокристаллы гидроксиапатита располагаются преимущественно осью с вдоль направления фибрилл бактериальной целлюлозы не зависимо от способа получения композита (Рис.1.). Такое взаимное расположение компонентов композита аналогично расположению минеральной составляющей костной ткани относительно фибрилл коллагена. Линейные размеры нанокристаллов ГАП были определены из анализа темнопольных изображений композитов при сьемке

в рефлексе 0002. Показано, что длины наночастиц гидроксиапатита в композитах, полученных первым способом, составляют от 2 до 100 нм, а вторым - от 2-30 нм. Во втором случае выявлено уменьшение размеров нанокристаллов ГАП с увеличением массовой доли БЦ в композите. По полученным ВРЭМ изображениям от отдельных наночастиц было определено, что толщины нанокристаллов во всех композитах составляют менее 10 нм, что коррелирует с известными данными о толщинах минеральной составляющей в костной ткани (2-10 нм). Исследования физико-химических характеристик полученных композитов БЦ/ГАП показали, что увеличение массовой доли бактериальной целлюлозы в композите приводит к уменьшению пористости, увеличению плотности и модуля Юнга композитного материала.



а) *б)*

Рис. 1. ПЭМ изображения агломерата наночастиц гидроксиапатита на ленте/ фибрилле бактериальной целлюлозы в композите БЦ/ГАП- 1/4, приготовленном первым способом (а), вторым способом (б) и соответствующие картины электронной дифракции от агломерата ГАП.

1. *Saska S., Barud H. S., Gaspar A. M., Marchetto R., Ribeiro S. J. L., Messaddeq Y.* International Journal of Biomaterials, 2011, Article ID 175362.

2. *Lai C., Zhang S.J, Wang L.Q., Sheng L.Y., Zhou Q.Z., Xi T.F.Journal of Materials Chemistry B, 2015,3, 9001-9010.*

Синтез нанокристаллов PbS в плёнках Ленгмюра-Блоджетт: атомная структура и механизм формирования

С. А. Бацанов, А. К. Гутаковский

Институт Физики Полупроводников СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 13

Нанокристаллы сульфида свинца являются перспективным материалом для создания приборов оптоэлектроники и фотовольтаики. Частота люминесцентного излучения подобных систем зависит от атомной структуры и морфологии частиц, которые в свою очередь определяются условиями их формирования. В связи с этим актуальным является исследование структурно-морфологических свойств и механизма формирования нанокристаллов сульфида свинца в зависимости от условий их синтеза. Наиболее адекватным методом исследования прямых структурно-морфологических особенностей нанокристаллов является высокоразрешающая электронная микроскопия (ВРЭМ).

В работе представлены результаты электронно-микроскопических исследований нанокристаллов PbS сформированных в плёнках бегенатов свинца, нанесённых на углеродные аморфные подложки методом Ленгмюра-Блоджетт, после сульфидирования и после термического отжига. Исследования проведены на электронных микроскопах JEM-4000EX и TITAN 80-300.

Для правильной оценки результатов и определения пределов применимости ВРЭМ важно детальное исследование контраста от кристаллических кластеров в аморфной матрице. Для визуализации маленьких частиц используется метод компьютерного моделирования теоретических ВРЭМ-изображений. Моделирование теоретических ВРЭМ – изображений основано на мультислоевом методе расчетов, который применим для различных материалов. Программа мультислоевого метода позволяет моделировать ВРЭМ – изображения кристалла, включающего более 50000 атомов и создавать на основе расчетов карты теоретических ВРЭМ - изображений в зависимости от параметров образца и условий наблюдения (когерентность и расходимость электронного пучка, дефокусировка, параметры микроскопа, и т.д.). Созданные карты теоретических ВРЭМ-изображений позволяют устанавливать априори, во-первых, минимальные размеры кластеров, которые могут быть визуализированы на ВРЭМ - изображениях и, во-вторых, выбирать оптимальные условия для ВРЭМ исследования таких систем.

Анализ моделированных изображений позволяет заключить, что только на ВРЭМ изображениях размер и форма приплюснутых кристаллов (далее просто кристаллов) отображаются в достаточной степени корректно.

Кристаллы, имеющие в составе 400 атомов (диаметром ~ 4 нм и толщиной ~ 1.1 нм) могут быть визуализированы на ВРЭМ изображениях при ускоряющем напряжении 400 кВ только тогда, когда толщина матрицы не превышает 16 нм. Атомная структура кристаллов может быть визуализирована на обоих микроскопах для частиц с кристаллографической ориентацией относительно направления падения электронного пучка: (100); (110); (111).

Исследование зависимости от толщины аморфной матрицы размера кристалла, определяемого по моделированному ВРЭМ изображению позволяет утверждать, что максимальная ошибка в определении латерального размера вплоть до полного погасания контраста от всего кристалла не превышает ~ 20 %.

Из анализа межплоскостных расстояний установлено, что нанокристаллы PbS формируются с кубической кристаллической решеткой типа Fm3m. Отжиг пленок не приводит к изменению кристаллической структуры.

Рост нанокристаллов сульфида свинца выглядит следующим образом. На этапе сульфидирования в полярных слоях матрицы бегеновой кислоты образуются нанокристаллы со средним размером 4 нанометра и плотностью - $2 \cdot 10^{12}$ $см^{-2}$. При последующем отжиге происходит коалесценция островков, сопровождающаяся уменьшением их поверхностной плотности и увеличением размеров. Рост зерен осуществляется путем поглощения «свободного» материала и мелких кристаллитов более крупными в процессе удаления органической матрицы. Отжиг пленок в атмосфере аммиака при температуре 125° и 175° С приводит к формированию кристаллических наночастиц со средним размером 6 и 8 нм, обладающих ярко выраженной кристаллической огранкой.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Наноструктуры» при поддержке РНФ (грант № 14-22-00143).

Микроструктура электроосажденных прекурсоров Cu-Zn-Sn для солнечных элементов на основе $Cu_2ZnSnSe_4$

С.А. Башкиров[1], В.Ф. Гременок[1], А.В. Станчик[1], М.С. Тиванов [2]

[1] «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, 220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь
[2] Белорусский государственный университет, 220030, г. Минск, Независимости 2, Беларусь

Полупроводниковый материал $Cu_2ZnSnSe_4$ (CZTSe) со структурой кестерита перспективен для использования в качестве недорогого, химически стабильного и нетоксичного поглощающего свет слоя в тонкопленочных солнечных элементах. При разработке тонкопленочных приборов на основе CZTSe возможно использование технологических приемов, ранее успешно применявшихся в технологии солнечных элементов на основе $Cu(In,Ga)Se_2$, что также является преимуществом данного материала.

Для получения тонких пленок $Cu_2ZnSnSe_4$, применяемых в солнечных элементах с рекордной эффективностью, используются методика, включающая следующие этапы: 1) последовательное электрохимическое осаждение слоев Cu-Sn-Zn (общая толщина ~ 1 мкм) на подготовленную металлическую подложку; 2) термическая обработка полученного многослойного металлического прекурсора в инертной атмосфере для формирования необходимых интерметаллических фаз; 3) отжиг полученного материала в атмосфере селена [1,2]. В настоящей работе исследовано влияния условий электрохимического осаждения на микроструктуру прекурсоров Cu-Sn-Zn, получаемых на первом этапе данной методики. Исследован элементный и фазовый состав, а также морфология поверхности полученных пленок. В качестве гибкой подложки использована фольга молибдена.

Кристаллическая структура и фазовый состав материалов исследовались методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре Rigaku Ultima IV на излучении CuK_α (λ = 1.5418 Å) с измерением 2θ в диапазоне от 10 до 100° и шагом 0.01°. Анализ фазового состава производился с использованием базы Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) и Crystallography Open Database (COD). Элементный состав плёнок был определён методом рентгеновского спектрального микроанализа (РСМ) с помощью энергодисперсионного анализатора Oxford Instruments X-MaxN, работающего совместно с растровым электронным микроскопом LEO1455VP, с чувствительностью 0,1 ат. %. Морфология поверхности плёнок исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе LEO1455VP с увеличением 5000-20000 при ускоряющем напряжении 20 кВ. Трехмерные изображения пленок получены ме-

тодом атомно-силовой микроскопии с использованием микроскопа NT-206 (Microtestmachines Co., Belarus) в контактном режиме.

Установлено, что для осаждения пленок меди и олова могут успешно применяться нетоксичные и недорогие электролиты на основе 0.25 М растворов цитрата натрия, содержащих сульфаты соответствующих металлов. Цитратный электролит для осаждения меди наиболее эффективен при комнатной температуре и катодной плотности тока 0.67-2 мА/см^2. Цитратный электролит для осаждения олова наиболее эффективен при температурах выше 40 ºС и при катодной плотности тока не менее 6 мА/см^2. Определены оптимальные температуры осаждения цинка из электролитов различного состава. Установлено, что при использовании в качестве подложки молибденовой фольги оптимальными последовательностями нанесения слоев являются Cu/Sn/Zn и Cu/Sn/Cu/Zn.

Показано, что в составе металлических прекурсоров, наряду с индивидуальными фазами меди, олова и цинка, присутствуют также интерметаллические фазы CuSn, Cu_5Zn_8, $CuZn_5$ и др. Параметры элементарной ячейки фаз в составе полученных материалов близки к соответствующим значениям для объемных поликристаллов. Установлено, что элементный состав пленок содержит 46-57 ат.% Cu, 27-33 ат. % Sn и 21-25 ат. % Zn, что близко к стехиометрическому составу (50 ат. % Cu, 25 ат. % Sn, 25 ат. % Zn). Результаты оценки элементного состава по данным количественного фазового анализа полностью согласуются с данными РСМ. Отклонение фактического элементного состава материалов от техологически заложенного в среднем не превышает 3 ат. %. Показано, что пленки характеризуются развитой поверхностью при наличии царапин, оставшихся после очистки пленки от гидроксидного слоя. Также на поверхности пленок наблюдаются нанометровые пустоты (точки), появление которых обусловлено выделением водорода в процессе восстановления металла из электролита. Средняя шероховатость поверхности пленок по данным АСМ составляет порядка 24 нм.

Полученные данные будут использованы для дальнейшего развития технологии получения тонких пленок CZTS(Se) и создания приборов фотовольтаики на их основе.

Работа выполнена при поддержке БРФФИ (проект Ф15КОР-004) и МИЦНТ (грант №080-310).

1. *J. Kim, H. Hiroi, T. K. Todorov, O. Gunawan, M. Kuwahara, T. Gokmen, D. Nair, M. Hopstaken, B. Shin, Y. S. Lee, W. Wang, H. Sugimoto, D. B. Mitzi*. Adv. Mater., 2014, 26, 7427-7431.

2. *R. Juškėnas, S. Kanapeckaitė, V. Karpavičienė, Z. Mockus, V. Pakštas, A. Selskienė, R. Giraitis, G. Niaura*. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2012, 101, 277-282.

Спектроскопия потерь энергии электронов в материалах, полученных из фуллерена C_{60} в условиях высокого давления

В.Д. Бланк[1,2], Б.А. Кульницкий[1,2], И.А. Пережогин[1,2], М.Ю. Попов[1,2], Е.В. Тюкалова[1,2]

1 Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, 142190, Москва, Троицк, Центральная 7а.
2 Московский физико-технический институт (государственный университет), Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский переулок 9

C_{60} имеет широкую область применения при создании прочных композитных материалов при высоких температурах и в условиях высокого давления, а также, иногда в присутствии катализатора [1]. Основной проблемой при этом является сложное поведение углеродной фазы в экстремальных условиях. Известно, что фуллерены образуют различные фазы при повышенном давлении, многие из которых стабильны при нормальных условиях. Получаемые материалы обычно обладают локальными неоднородностями, и их структура до сих пор недостаточно исследована. Между тем, ее анализ позволяет лучше контролировать процесс их получения и управлять их механическими свойствами.

В настоящей работе для такого анализа используется просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и спектроскопия потерь энергии электронов (СПЭЭ). Анализируются образцы, полученные при обработке фуллерена, смешанного с наночастицами B_4C [1]. Структура образца не является кристаллической, хотя и обладает определенным порядком: на микродифрактограммах и на фотографиях высокого разрешения наблюдается преимущественная ориентация графитоподобных слоев.

СПЭЭ C_{60} (рис. 1а) и графита (рис. 1б) измерены нами для проведения сравнения. СПЭЭ некоторой области исследуемого образца (рис. 1 в – е), последовательно измерены через промежутки времени примерно равные нескольким минутам при облучении электронным пучком. Видно, что первоначальный спектр (рис. 1в), более близкий по форме к спектру фуллерена, по мере облучения (рис. 1 г, д, е) становится похожим на спектр графита. При этом тонкая структура вблизи 284 эВ, не полностью разрешенная на спектрах, не исчезает, что говорит о сохранении (частичном) молекул фуллерена или их фрагментов в материале после облучения. Анализ показал, что облучение электронным пучком ведет к постепенному нарушению порядка и разрушению молекул C_{60}, а полученные спектры соответствуют фазовому составу материала, совмещающему свойства решетки из молекул C_{60} и графита/графитоподобного материала.

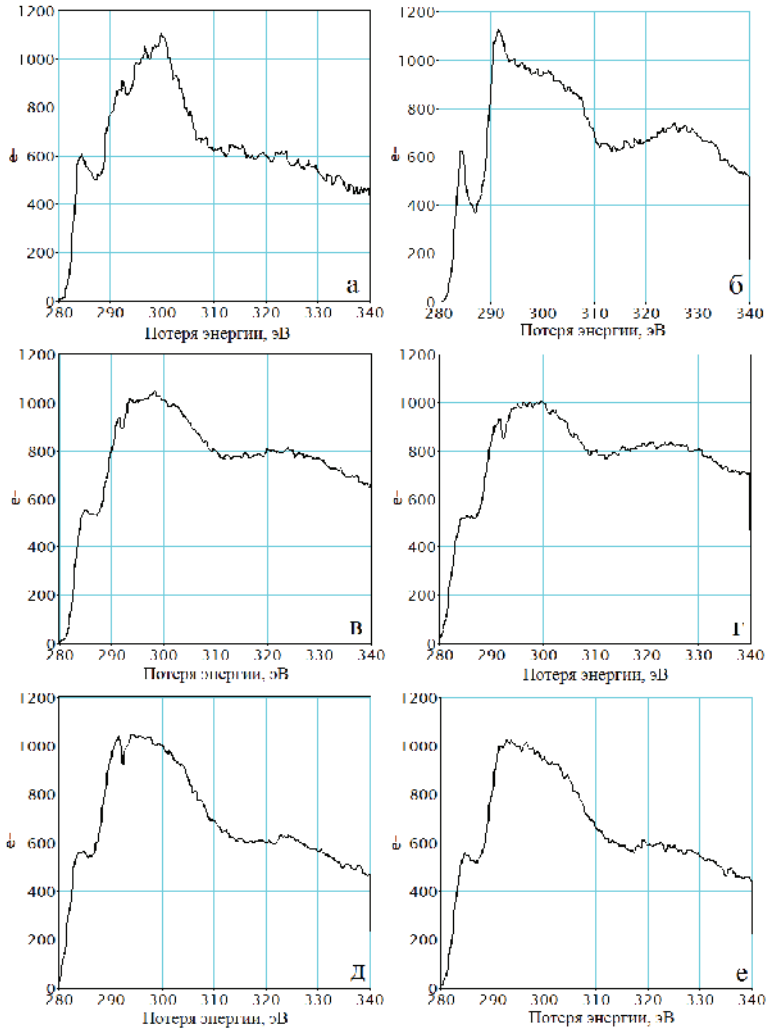


Рис. 1. СПЭЭ вблизи К-края углерода (284 эВ). а) Спектр фуллерита (г.ц.к.-структура); б) спектр графита; в), г), д), е) – спектры, последовательно измеренные при облучении электронным пучком. Во всех спектрах присутствует пик на 292 эВ, который в спектрах в) – е) растет при облучении, таким образом, спектр образца принимает вид, более характерный для графита.

1. M. Popov, V. Blank, S. Perfilov, D. Ovsyannikov, B. Kulnitskiy, E. Tyukalova, V. Prokhorov, I. Maslenikov, I. Perezhogin, E. Skryleva and Yu. Parkhomenko. MRS Communications, 2015, 5, 71-75.

In-situ исследование в просвечивающем электронном микроскопе миграции наночастиц серебра в оксиде кремния

Р.Л. Волков, Я.С. Гришина, Н.И. Боргардт, А.И. Савицкий

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград, пл. Шокина, д. 1

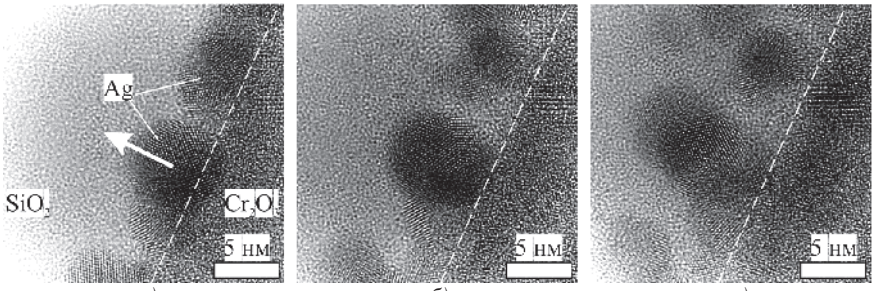
В настоящее время наночастицы широко применяются при изготовлении оптоэлектронных устройств, светофильтров, уникальных покрытий, катализаторов и пр. Одним из технологических приемов, позволяющих закрепить наночастицы на поверхности или внедрить в материал, является их бомбардировка ионами с высокими энергиями. Например, в [1] описано проникновение вглубь оксида кремния наночастиц платины при бомбардировке ионами Kr^+ с энергией 800 кэВ. Причина этого явления заключается в том, что при облучении ионами вязкость оксида кремния понижается, и частицы погружаются в него под действием капиллярных сил.

В настоящей работе представлено in-situ исследование методом просвечивающей электронной микроскопии влияния пучка электронов с энергией 200 кэВ на поведение наночастиц серебра, нанесенных на слой оксида кремния. Электронно-микроскопический образец представлял собой поперечное сечение слоев монокристаллического кремния, оксида кремния, частиц серебра, оксида хрома и аморфного углерода с включениями платиновых частиц и был приготовлен методом In-Situ Lift-Out при помощи электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650. Изучение процесса миграции наночастиц серебра в оксиде кремния исследовалось с помощью просвечивающего электронного микроскопа Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Плотность тока пучка при in-situ исследовании составляла около $4{,}7 \cdot 10^5$ А/м^2.

Местоположение и форма частиц серебра до начала in-situ исследований регистрировались в просвечивающем электронном микроскопе при малом увеличении и разведенном пучке электронов с малой плотностью тока. Оказалось, что частицы имеют форму, похожую на эллипсоид, и расположены на плоской поверхности оксида кремния.

В процессе последующего in-situ исследования миграции частиц серебра осуществлялось непрерывное освещение пучком электронов области образца диаметром около 0,1 мкм в течение нескольких минут. Каждые 5–10 с осуществлялась регистрация высокоразрешающего изображения в центре освещаемого участка с помощью цифровой камеры. Время регистрации с точностью до секунды записывалось в соответствующие файлы изображений.

На рис. 1 показаны три микрофотографии частиц серебра в начале, в середине и в конце эксперимента. Из них видно, что частицы приобретают округлую форму и углубляются в оксид кремния в направлении, перпендикулярном пучку электронов. Скорости движения частиц различаются, из-за чего они проникают на разную глубину.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Микрофотографии проникновения наночастиц серебра внутрь оксида кремния через 0 с (а), 81 с (б) и 180 с (в) воздействия на них электронами в просвечивающем электронном микроскопе. SiO_2 – слой оксида кремния, Ag – наночастицы серебра, Cr_2O_3 – слой оксида хрома, стрелка на (а) – направление проникновения наночастиц, штриховая линия – граница между оксидами кремния и хрома.

По мере продвижения в оксид кремния под действием энергии, передаваемой электронами пучка, кристаллическая структура частиц претерпевает изменения. Происходят постоянное возникновение и исчезновение различных дефектов, изменение ориентации кристаллитов, реже объединение или разделение частиц.

Таким образом, выявлено, что при воздействии на наночастицы серебра электронами с высокими энергиями так же, как и ионами [1], происходит их проникновение в оксид кремния. Показано, что при облучении электронами направление миграции наночастиц может не совпадать с направлением падения пучка и обусловлено исключительно необходимостью минимизации поверхностной энергии.

1. *Hu X., Cahill D.G., Averback R.S.* // J. Appl. Phys. 2002. V. 92. № 7. P. 3995-4000.

Электронная и зондовая микроскопия пористого кремния с наночастицами серебра, полученного методом ионной имплантации

В.В. Воробьев[1], Ю.Н. Осин[1], А.И. Самохина[1], В.И. Нуждин[2], В.Ф. Валеев[2], А.Л. Степанов[1,2]

[1] Междисциплинарный центр Аналитическая микроскопия, Казанский федеральный университет, 420008, Казань, Кремлевская 18, Россия
[2] Казанский физико-технический институт РАН, 420029, Казань, Сибирский тракт 10/7, Россия

Представлены результаты по наблюдению синтеза наночастиц Ag в аморфизированном слое пористого Si. Слои пористого Si были изготовлены по оригинальной технологии методом высокодозовой низкоэнергетической имплантацией ионами Ag^+ [1]. В качестве исходного материала использовалась монокристаллическая подложка Si с кристаллографической ориентацией (100). Аморфизация поверхностного слоя Si проводилась имплантацией ионами He^+ с энергией 40 кэВ и плотности тока в ионном пучке 8 мкА/см^2 при дозе облучения $1.5 \cdot 10^{17}$ ион/см^2 на ионном ускорителе ИЛУ-3. Затем, в той же подложке формировались Si-поры одновременно с ионным синтезом в них наночастиц Ag. Для этого дополнительно была проведена имплантация ионами Ag^+ с энергией 30 кэВ и плотностью тока в ионном пучке 8 мкА/см^2 при дозе облучения $1.5 \cdot 10^{17}$ ион/см^2. Анализ морфологии и структуры поверхности пористого Si с наночастицами Ag осуществлялся на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Merlin (Carl Zeiss), оснащенным энергодисперсионным спектрометром Aztec X-Max (Oxford Instruments) и детектором дифракции отраженных электронов (ДОЭ) NordLys HKL (Oxford Instruments), а также на сканирующем зондовом микроскопе (СЗМ) Dimension FastScan (Bruker).

Было установлено, что поверхность Si, после имплантации ионами He^+, остается гладкой и однородной, схожей с поверхностью необлученной подложкой Si. При этом на ДОЭ-картине данного образца одновременно наблюдаются диффузные кольца, отражающие появление поверхностного аморфного слоя, и линии Кикучи, относящиеся к кристаллической структуре подложки. Таким образом, последующая имплантация ионами Ag^+ проводилась в сформированный аморфизированный слой Si, расположенный на исходной кристаллической подложке.

На рис. 1 приведены СЭМ- и СЗМ-изображения морфологии поверхности Si, имплантированной последовательно ионами He^+ и Ag^+. На СЭМ-изображении наблюдается пористая структура Si, содержащего наночастицы Ag, которые можно разделить по размерам на две группы: мелкие

~ 10 нм и крупные ~ 40 нм (рис. 1а). Причем крупные наночастицы Ag расположены преимущественно на стенках Si-пор. Диаметр Si-пор составляет 100-150 нм. Глубина Si-пор, оцененная методом сканирующей зондовой микроскопией, составляет ~ 60 нм (рис. 1б). Наличие серебра в имплантируемом слое контролировалось при помощи энергодисперсионного спектрометра, а также по распределении адгезии на изображениях, полученных методикой Peak Force QNM (наномеханическое картирование) на СЗМ. На ДОЭ-картине наблюдаются диффузные кольца при отсутствии линий Кикучи. Можно заключить, что в данном образце толщина аморфного слоя увеличилась, по сравнению со слоем аморфного Si, полученного имплантацией ионами He^+.

Таким образом, в работе методами электронной и зондовой микроскопии показано образование и проведена характеризация пористой структуры Si с ионно-синтезированными наночастицами Ag при ионной имплантации предварительно аморфизированного слоя Si на кристаллической подложке.

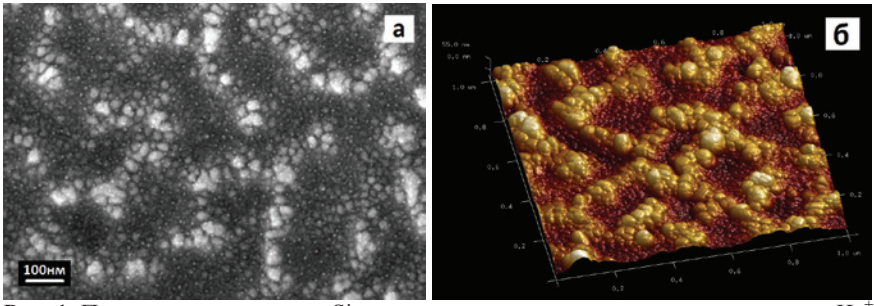


Рис. 1. Поверхность пористого Si, имплантированная последовательно ионами He^+ и Ag^+: а) СЭМ-изображение; б) СЗМ-изображение.

Работа выполнена при финансовой поддержке по грантам РФФИ 13-02-12012_офи и УМНИК.

1. Stepanov A.L., Nuzhdin V.I., Valeev V.F., Vorobev V.V., Kavetskyy T.S., Osin Y.N., Synthesis of porous silicon by ion implantation, Rev. Adv. Mater. Sci. 40 (2015) 155-164.

Исследование наноструктуры и морфологии поверхностных слоев NiTi после ионного модифицирования Ta и Si

С.Л. Гирсова[1], Т.М. Полетика[1], Л.Л. Мейснер[1,2], Е.Ю. Шмидт[2]

[1] Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия
[2] Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, Россия

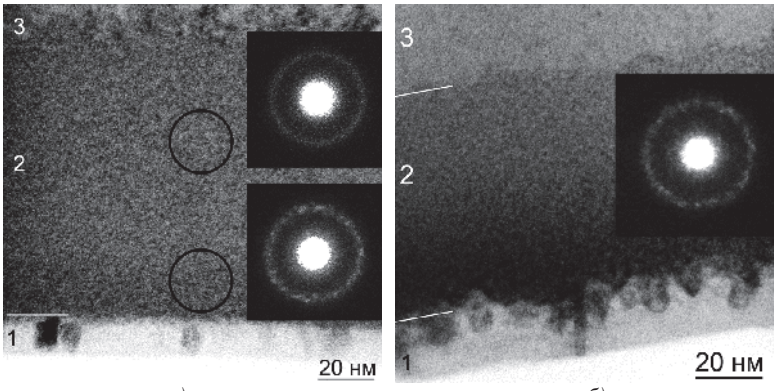
Материалы с эффектом памяти формы на основе никелида титана (NiTi) нашли широкое применение в медицине. С целью сохранения уникальных механических и повышения функциональных свойств NiTi (биосовместимости, коррозионной стойкости, рентгеноконтрастности и других) на поверхности создают протективные слои. Признанным методом модифицирования поверхности является ионно-пучковая обработка [1].

В настоящей работе исследовали поверхностные слои NiTi после ионной имплантацией Ta^+ (образцы $(NiTi)^{Ta+}$) и Si^+ (образцы $(NiTi)^{Sa+}$). Ионную обработку проводили на имплантере «ДИАНА-3» с применением импульсных однокомпонентных пучков ионов с флюенсом $D = 6 \times 10^{17}$ см$^{-2}$. Для структурных исследований использовали оборудование ЦКП ИФПМ СО РАН «Нанотех». Микротруктуру и элементный состав изучаали на просвечивающем электронном микроскопе JEM 2100 (JEOL), оснащенном приставкой энерго-дисперсионного микроанализа INCA Energy. Тонкие фольги в поперечном сечении готовили ионным утонением на установке EM 09100IS (JEOL). Для идентификации фаз получали нанодифракционные картины (НД) и энергодисперсионные спектры (ЭДС). Морфологию поверхности изучали на ACM Solver P47h (НТ-МДТ) при комнатной температуре на воздухе. Использовали кантилеверы CSG10 жесткостью 0,1 Н/м и радиусом кривизны 10 нм.

Установлено, что для исследуемых образцов поверхностный модифицированный слой включает в себя наружный оксидный слой и основной аморфный слой (рис.1). Оксидные слои является нанокомпозитной керамикой, содержащей смесь наноксидов TiO_2 и нанооксидов кремния, либо тантала. Выводы о фазовом составе оксидных слоев делались на основе совместного анализа данных НД и ЭДС.

Для аморфного состояния NiTi характерно сохранение компактного позиционного ближнего порядка, что проявляется в присутствии на НД хорошо выраженного диффузного кольца $(110)_{B2}$. Внутри аморфного слоя обнаружена неоднородность электронно-микроскопического контраста по глубине образца. Совместный анализ НД и ЭДС позволил связать наблюдаемый сорбционный контраст с обогащением более темного слоя атомами Ni в $(NiTi)^{Si+}$ (рис. 1 а) и атомами Ta в $(NiTi)^{Ta+}$ (рис. 1 б). При этом в обо-

гащенном Ni темном слое $(NiTi)^{Si+}$ возможно расслоение аморфной фазы на кластеры различного состава, что приводит к возникновению неоднородной интенсивности и уширению кольца $(110)_{B2}$ на картине НД (рис. 1 а).



а) *б)*

Рис. 1. ПЭМ изображение поперечного сечения поверхности NiTi имплантированного ионами Si (а) и Ta (б); 1- оксидный слой, 2 - аморфный слой; 3 - кристаллический NiTi.

Методом АСМ показано, что тип имплантированных ионов влияет на поверхностный микрорельеф ионно-модифицированного слоя. Наблюдается существенное сглаживание поверхности $(NiTi)^{Ta+}$, в то время, как поверхность $(NiTi)^{Si+}$ отличается ростом шероховатости до микронного уровня. Обсуждается причины наблюдаемых эффектов и характер их влияния на функциональные характеристики NiTi.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, III 23.2.1

1. *A. D. Pogrebnjak, S. N. Bratushka,* Russian Chemical Reviews, 2013, 82, 12, 1135 - 1159.

Исследование структуры поверхностных слоев NiTi после обработки низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП)

С.Л. Гирсова[1], В.О. Семин[2], Т.М. Полетика[1], Л.Л. Мейснер[1,2]

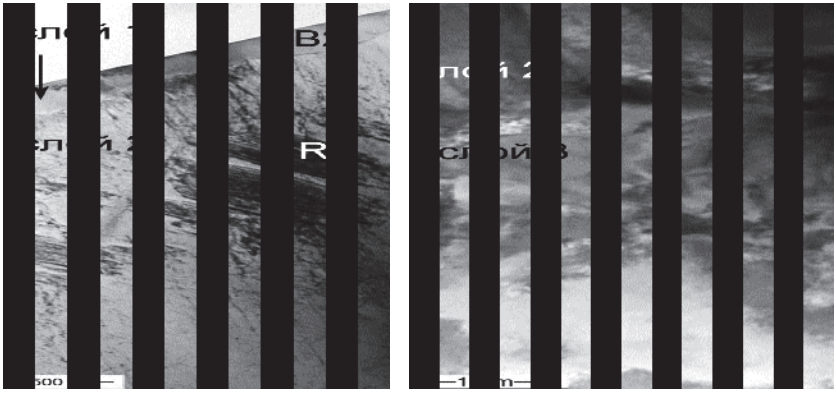
1 Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия
2 Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, Россия

Уникальные механические свойства сплавов NiTi обеспечивает их использование в качестве функциональных материалов в медицине. Актуальной остается задача создания на поверхности NiTi защитных слоев с целью улучшения эксплуатационных свойств и предотвращения высвобождения токсичного для организма Ni [1]. В последнее время успешно развивается метод поверхностной модификации с помощью микросекундных (1-3 μs) низкоэнергетических (10-40 keV) сильноточных (10-25 kA) электронных пучков (НСЭП) [2].

В настоящей работе исследовали микроструктуру поверхностных слоев коммерческого сплава ТН-1 после обработки микросекундными низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП) на электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» [2]. Энергия электронов 10-25 кэВ, плотность энергии 1−6 Дж/см^2, длительность импульса 2,5 мкс, а интервал между ними – 10 с. В работе представлены результаты НСЭП обработки с числом импульсов 32 (бескратерный режим). Для электронномикроскопических исследований использовали JEM 2100 (JEOL) с приставкой энергодисперсионного микроанализа INCA Energy. Тонкие фольги в поперечном сечении готовили ионным утонением на установке EM 09100IS (JEOL) (оборудование ЦКП ИФПМ СО РАН «Нанотех»)

Установлено, что после НСЭП обработки формируется ряд слоев с различной морфологией: верхний переплавленный слой 1 толщиной 0,2 - 0,5 мкм в B2 состоянии; нижележащий слой 2 с преимущественно столбчатой структурой; слой 3 - зона термовлияния. Столбчатая структура в слое 2 содержит вытянутые зерна шириной 0,7 - 1,5 мкм, разориентированные на углы 10º - 40º с ориентаций нормалей к поверхности вдоль кристаллографических осей, близких <110>. Особенностью данного слоя также является наличие параллельно поверхности пакетов R-мартенсита (рис. 1 а). Стабилизация R-фазы является следствием изменения элементного состава слоя, роста его дефектности, подавления R→B19' превращения [3]. Так, методом ЭДС установлено, что по направлению к поверхности наблюдается обогащение сплава кислородом и уменьшение соотношения Ni/Ti до 0,9.

Слой 3 начинается на глубине 6 мкм (рис. 1 б) и находится в двухфазном (B2+B19') – состоянии: B2 фрагменты образуют подслой толщиной до 1 мкм, а ниже расположены пластины деформационного мартенсита B19'. Выравнивание состава сплава и его структуры до исходного состояния происходит на глубине более 6 мкм.



а) *б)*

Рис. 1 Поперечное сечение поверхности NiTi после 32 импульсов НСЭП

Работа поддержана грантом РНФ (проект № 15-13-00023).

1. *S. Shabalovskaya, J. Anderegg, J. Van Humbeeck.,* Acta Biomaterialia, 2008, 4, 447–467.

2. *V. Rotshtein, Yu. Ivanov, A. Markov.* Materials Surface Processing by Directed Energy Techniques, Elsevier, 2006, pp. 205-240.

3. *R. Kocich, M. Kursab, I. Szurmanb, A. Dlouhy*, Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509, 2716–2722.

Погружение наночастиц серебра в диоксид кремния под воздействием низкоэнергетических электронов

Я.С. Гришина, Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, А.И. Савицкий

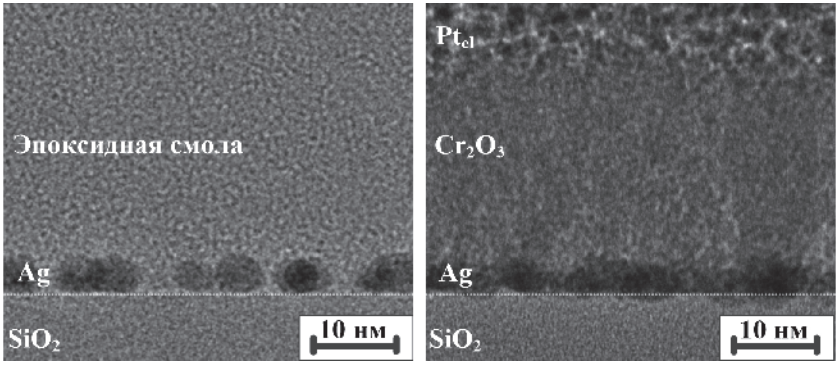
Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, Зеленоград, площадь Шокина, д.1, Россия

Изучение наночастиц металлов вызывает огромный интерес из-за возможности их нового применения в фотонике и электронных приборах, основанных на квантоворазмерных эффектах. Из литературы известно, что наночастицы платины погружаются в подложку из диоксида кремния (SiO_2) в результате вязкого течения аморфного SiO_2 под воздействием облучения высокоэнергетическими ионами Kr^+, Ar^+ и Xe^+ [1, 2]. Подобное погружение наночастиц серебра и золота, сформированных на подложке кремния и облученных ионами Au^{2+} с высокими энергиями показано в [3]. В данной работе изучено влияние кратковременного воздействия низкоэнергетических электронов в растровом электронном микроскопе (РЭМ) на наночастицы серебра (Ag) со средним значением размера диаметра 6 нм и высотой около 5 нм, сформированных на поверхности диоксида кремния.

Наночастицы серебра осаждались в результате вакуумно-термического испарения 1,2 мг серебра с молибденового испарителя на поверхность слоя диоксида кремния толщиной 440 нм и отжигались в вакууме при температуре 230 °C в течение 30 минут. В результате анализа микрофотографий, полученных в растровом электронном микроскопе найдено, что наночастицы, проекции которых имеют среднюю площадь 46 нм^2, занимают 28 % от общей площади поверхности SiO_2. Образец с металлическими наночастицами раскалывался на две части, предварительно на одну из которой в установке Cressington 208HR напылялся слой оксида хрома (Cr_2O_3) толщиной около 30 нм, позволивший сделать поверхность образца электрически проводимой. Затем из этого образца с помощью электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650 стандартным методом In-Situ Lift-Out формировалась тонкая фольга поперечного сечения. На начальном этапе приготовления проводилось индуцированное электронным пучком локальное осаждение на образец слоя платины (Pt_{el}) с размерами 10x1,5 мкм^2 и толщиной 0,5 мкм при ускоряющем напряжении электронов 2 кэВ и токе 1,6 нА в течение 94 с. Из образца с наночастицами серебра, непокрытыми слоем Cr_2O_3, с помощью шлифовки и полировки и последующем утонении ионами аргона Ar^+ также приготавливался образец поперечного сечения.

Полученные тонкие фольги изучались в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

На рис. 1 представлены дефокусированные изображения наночастиц серебра, позволяющие визуализировать границу между эпоксидной смолой и SiO_2 (а) и тонким слоем Cr_2O_3 и SiO_2 (б). Для снижения воздействия электронного пучка с высокой энергией на наночастицы изображения на рис. 1 снимались при небольшом увеличении. Поскольку толщина образца, приготовленного с помощью фокусированного ионного пучка больше 10 нм (рис.1б), то проекции наночастиц серебра накладываются друг на друга, в результате чего они имеют нечетко выраженные границы. Нанесение тонкого слоя Cr_2O_3 перед процессом осаждения Pt_{el} в ходе приготовления образца позволило снизить глубину проникновения электронов в материал подложки и привело к увеличению поглощенной энергии вблизи границы раздела между наночастицами серебра и диоксидом кремния, вследствие этого наночастицы Ag начали погружаться в SiO_2. В тонкой фольге, утоненной ионами аргона Ar^+ (рис.1а), наночастицы располагаются на поверхности материала подложки и их проникновение в SiO_2 не выявляется.



а) б)

Рис. 1. Дефокусированные изображения сформированных на диоксиде кремния наночастиц серебра, покрытых эпоксидной смолой (а) и тонким слоем Cr_2O_3 (б)

По результатам исследования можно сделать вывод о том, что наночастицы серебра, также как и облученные высокоэнергетическими ионами металлические наночастицы, изученные в [1-3], погружаются на некоторую глубину в материал подложки уже при воздействии на них электронным пучком с низкой энергией 2 кэВ.

1. *Hu X., Cahill D.G., Averback R.S. //* J. Appl. Phys. 2002. V. 92. №7. P. 3995.
2. *Klimmer A., Ziemann P., Biskupek J. et al. //* Phys. Rev. B. V. 79. P. 155427.
3. *Satpati B., Satyam P.V., Som T. et al.* // J. Appl. Phys. A. 2004. V. 79. P. 447.

Электронная микроскопия при исследовании состава и морфологии пленок Se, полученных электроосаждением при различных типах освещения

М.Б. Дергачева, Д.С. Пузикова, В.И. Яскевич

Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В.Сокольского, 050010, Алматы, Кунаева, 142

Селен является полупроводником р-типа и обладает уникальными физико-химическими свойствами. Оптимальная ширина запрещенной зоны, прямые оптические переходы и высокий коэффициент поглощения в видимой части спектра обусловили перспективность его применения для производства тонкопленочных фотоэлементов. На качество и морфологию пленок Se влияют условия их получения: состав, pH и температура электролита, величины прилагаемых потенциалов или плотности тока, зависящих от применяемого электрохимического метода. В некоторых случаях при электроосаждении полупроводников используют добавки сульфосалициловой кислоты, а также освещение рабочего электрода во время электролиза [1-3].

В данной работе исследование электрохимического осаждения Se выполнено в темноте, при рассеянном освещении и освещении галогенной лампой 50 или 75 W. Фоновым электролитом являлся раствор 0,1 М сульфосалициловой кислоты, источником ионов Se(IV) - раствор $NaHSeO_3$ (ч.д.а.). Осажденные пленки Se были исследованы при помощи электронного микроскопа JSM 6610 LV фирмы JEOL (Japan) с целью выявления влияния различных типов используемого освещения на морфологию и состав полученных осадков. Исследование морфологии поверхности пленки Se показало, что освещение рабочего электрода в процессе электроосаждения положительно сказывается на структуре получаемого осадка. Для проведения элементного анализа и определения состава осажденных осадков на различных участках поверхности проводили выбор этих участков согласно полученным микрофотографиям (рис.1).

Важным оказалось появление на поверхности осажденных пленок трубчатых образований, содержащих в своем составе до 90% серы (рис.1б, спектр1), тогда как общая поверхность в этих условиях содержит одинаковое количество селена и серы (рис. 1б, спектр 3). При освещении электрода лампой 75W поверхность осажденной пленки содержала 95± 2ат% селена.

Соосаждение серы наряду с селеном объяснено образованием и адсорбцией на электроде сложных внешнесферных комплексов с участием сульфосалициловой кислоты.

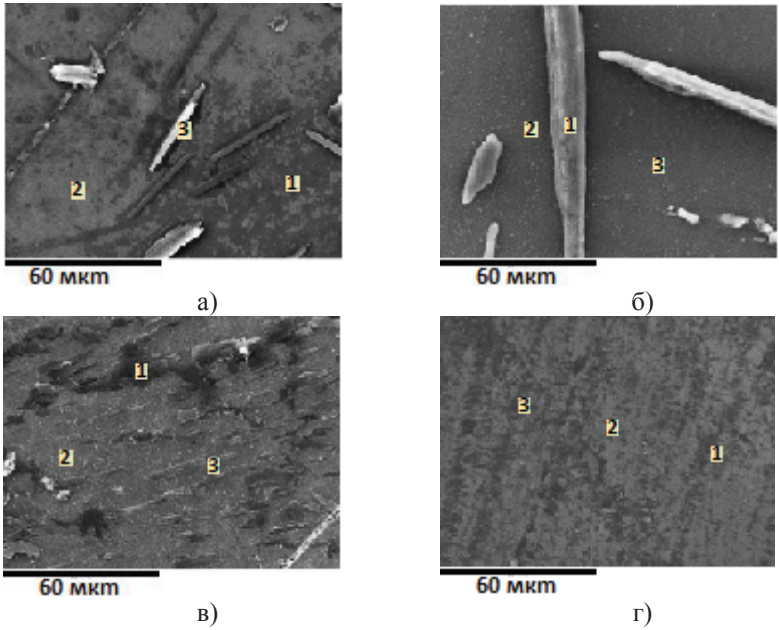


Рис. 1. Изображения СЭМ (JSM 6610 LV): а) пленка Se, осажденная в темноте; б) пленка Se, осажденная в рассеянном освещении; в) пленка Se, осажденная при освещении галогенной лампой 50 W; г) пленка Se, осажденная при освещении галогенной лампой 75 W. (цифрами 1, 2, 3 обозначены участки поверхности, выбранные для анализа)

Таб. 1. Результаты элементного анализа (ат %) пленок Se, полученных в потенциостатических условиях при различных типах освещения

Спектр	В темноте		В рассеянном освещении		Освещение галогенной лампой 50 W		Освещение галогенной лампой 75 W	
	S	Se	S	Se	S	Se	S	Se
Спектр 1	36,91	63,09	96,24	3,76	49,79	50,21	2,11	97,89
Спектр 2	44,24	55,76	81,04	18,96	14,98	75,02	3,78	96,22
Спектр 3	93,15	6,85	51,22	48,78	49,52	50,48	7,78	92,22

1.*M. Dergacheva, K. Urazov*, Electrochim.Acta. - 2013. - Vol.107. - P.120-125.

2.*Xinhua Xu, Feng Wang, Zhilin Li, Jingjun Liu, Jing Ji, Jianfeng Chen*. Effect of sulfosalicylic acid ($C_7H_6O_6S$) on the electrodeposition of pure ZnS nanocrystal thin films from acidic solutions // Electrochim. Acta. - 2013. - Vol. 87. - P. 511–517.

3.*Ichimura M., Takeuchi K., Nakamura A., Arai E.* // Thin Solid Films. - 2001. - Vol. 384. - P. 157–159.

Исследование свойств электроосажденных пленок CZTS

М.Б. Дергачева, К.А. Уразов

АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», 050010, г. Алматы,Кунаева 142, Казахстан

Соединение Cu_2ZnSnS_4 (CZTS) обладает подходящей шириной запрещенной зоны, равной 1,4-1,5 эВ и большим коэффициентом абсорбции выше 10^4 $см^{-1}$, что благоприятно для преобразования солнечного излучения. Это соединение может быть получено без применения редких и токсичных элементов [1-4].

В данной работе было выполнено электрохимическое осаждение пленок CZTS на проводящие подложки Mo/стекло размером 2x1 $см^2$, при постоянном потенциале -1 и -1,1В и комнатной температуре 25±2 ^oC с перемешиванием. Электролиз проводили в стандартной трех - электродной термостатируемой ячейке из электролита содержащий 0,2 М цитрат натрия, 0,01 М $CuSO_4$, 0,005 М $SnSO_4$, 0,01 М $ZnSO_4$, 0,05 М $Na_2S_2O_3$ и раствор подкисляли до pH=4,8, с добавлением 0,1 М винной кислоты, поскольку элементный анализ показал, что при более высоких pH осаждается меньше серы, чем требуется для достижения требуемого состава.

Свежеосажденные пленки промывали дистиллированной водой и высушивали на воздухе. Затем отжигали в муфельной печи при температуре 450 ºС в течение 30 минут в атмосфере воздуха.

Полученные пленки имеют р-тип проводимости и толщину в среднем 2,5±0,3 мкм.

Методом сканирующей микроскопии был определен химический состав и сняты микрофотографии поверхности (**Рис. 1**).

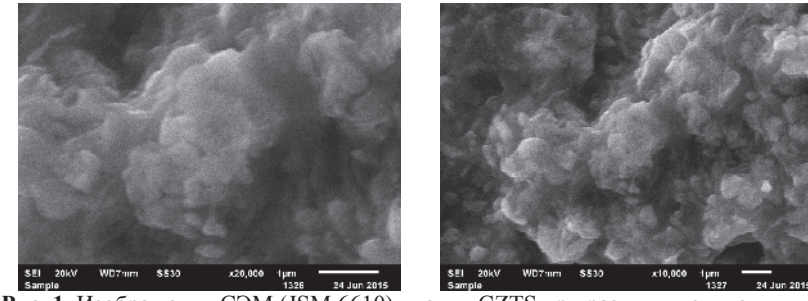
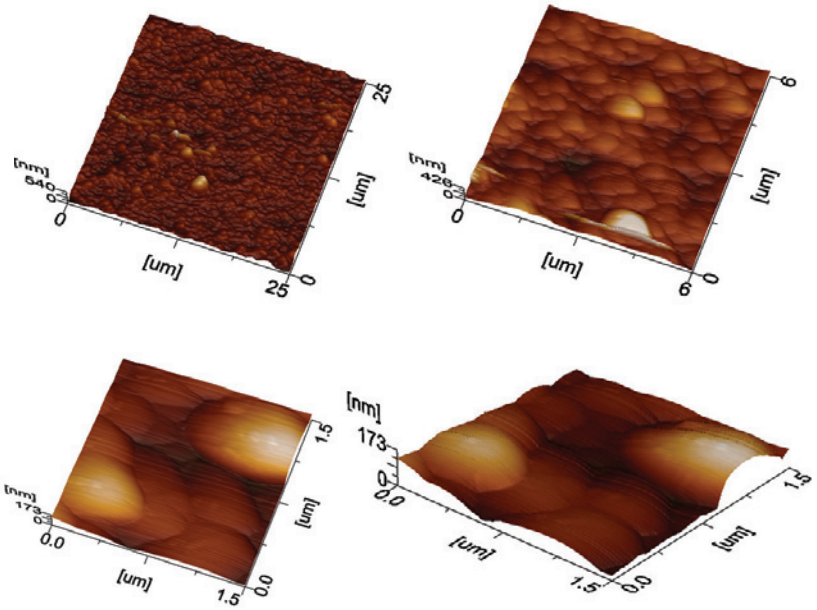


Рис. 1. Изображения СЭМ (JSM 6610) пленки CZTS при разных увеличениях.

Электроосаждение соединения Cu_2ZnSnS_4 в интервале потенциалов -1÷ -1,1 В дает возможность контролировать стехиометрический состав пленки.

Исследование морфологии поверхности электроосажденных пленок четверного соединения Cu_2ZnSnS_4 методом атомно-силовой микроскопий позволило определить, что поверхность формируется из равномерно распределенных частиц (**Рис. 2**). Частицы растут в одном направлении. Размеры крупных частиц достигают 0,5-0,7 мкм и состоят из более мелких частиц.



а) *б)*

Рис. 2. Изображения АСМ (JSPM 5200) пленки CZTS при разных увеличениях: а) top; б) phase.

1. *K. Ito, T. Nakazawa.* Jpn. J. Appl. Phys., (1988), 27, 2094-2097.

2. *S.R. Hall, J.T. Szymanski, J.M. Stewart.* Canadian Mineralogist, (1978), 16. 131-137.

3. *J.J. Scragg, P.J. Dale, L.M. Peter.* Electrochemistry Communications, (2008), 10, 639-642.

4. *T. Maeda, S. Nakamura, T. Wada.* Mater. Res. Soc. Symp. Proc., (2009), 165.

Структура, фазовый состав тонкой конденсированной фольги твердых растворов Pd-Cu и Pd-Ru

А.И. Донцов[1], А.А. Максименко[1], Е.А. Возгорькова[2]

1 Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия
2 Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Россия

В настоящее время наиболее изученный способ изготовления фольги мембранных сплавов – прокатка до толщины более 30 мкм [1]. Один из способов повышения водородопроницаемости и производительности мембранных устройств – снижение толщины селективного слоя.

В работе [2] была показана возможность изготовления тонкой фольги мембранных сплавов Pd-Cu и Pd-Ru в процессе магнетронного распыления мишеней состава Pd-Cu(40 масс.%) и Pd-Ru(6 масс.%).

Цель данной работы - исследование закономерностей и природы структурных, субструктурных и морфологических изменений при росте конденсированной фольги твердых растворов Pd-Cu и Pd-Ru (до 10 мкм) в процессе роста.

В процессе роста фольги формируется градиентная зеренная структура (рис. 1), характеризующаяся высокой дисперсностью зёрен на начальной стадии роста (до критической толщины ~1 мкм для фольги, сконденсированной при $T_П$=300 К, и ~0,5 мкм для фольги, сконденсированной при $T_П$=700 К), последующим селективным ростом зёрен и субзёрен анизотропной формы и преимущественной ориентацией (происходит совершенствование одноосной текстуры <110> и <112> для β-фазы и <111> для твёрдых растворов с ГЦК-решеткой).

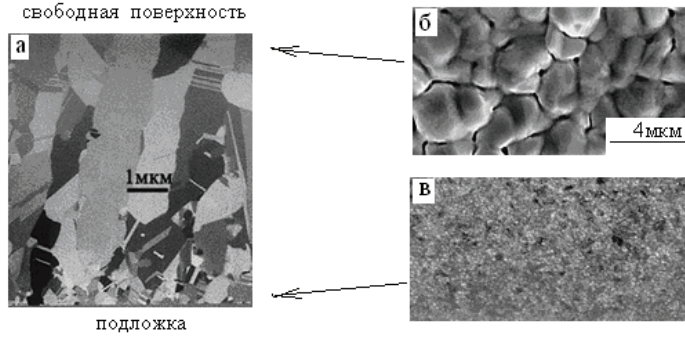
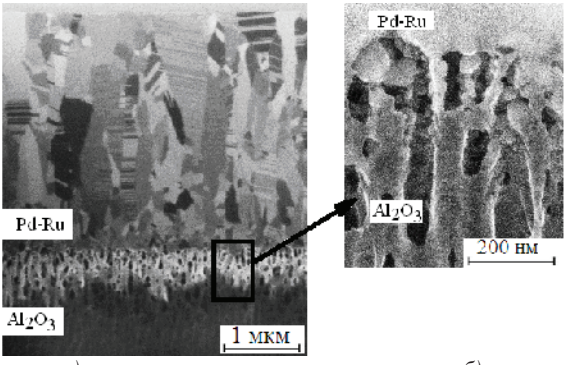


Рис. 1. Изображения РЭМ (QUANTA 3D 200i) образца фольги твёрдого раствора Pd-Cu (40 масс.%) ($T_П$=600 К): а) поперечный срез; б) свободная поверхность; в) поверхность, освобожденная от подложки.

Природа градиентной структуры – селекция в процессе роста зёрен ориентаций, соответствующих текстуре.

Образование градиентной зеренной структуры и текстуры роста не зависит от вида, структуры и морфологии поверхности подложки (исследован рост на поверхности фторфлогопита, гетероструктуры α-SiO_2/Si и поверхности пористого анодного оксида алюминия, рис. 2). Этот результат дает основания к нанесению тонкого селективного слоя мембранного сплава на керамическую основу со сквозной нанопористостью.



а) *б)*

Рис. 2. Изображение РЭМ (QUANTA 3D 200i) (в отраженных ионах): а) поперечный срез гетероструктуры Pd-Ru(6 масс.%)/анодный Al_2O_3 со сквозной регулярной нанопористостью; б) увеличенный фрагмент межфазной границы.

Особенность субструктуры зерен β-фазы – отсутствие двойников в отличие от α-фазы. Формирование градиентной структуры есть результат селективного роста зерен анизотропной формы в направлении, соответствующем оси текстуры, при этом латеральный размер этих зерен по мере их роста изменяется мало.

Фазовый состав фольги твёрдого раствора Pd-Cu (40 масс.%) зависит от $T_П$: при $T_П$=300 К образуется только β-фаза; при $T_П$=700 К – смесь β- и α-фаз, при $T_П$ более 850 К – только α-фаза.

Работа выполнена в рамках государственного задания ВУЗам Минобрнауки России в сфере научной деятельности на 2014 – 2016 годы (проект №848)

1. *Словецкий Д.И., Чистов Е.М., Рошан Н.Р.* Альтернативная энергетика и экология. 2004. №, 43-46.

2. *Иевлев В.М., Бурханов Г.С., Рошан Н.Р., Белоногов Е.К., Максименко А.А., Донцов А.И., Рудаков К.Е.* Металлы, 2012, №6. 92-101.

Морфология поверхности и состав электроосажденных пленок CdSe, определенных с помощью микроскопа «JSM 6610 LV» фирмы JEOL

А.К. Жанабаева, Д.С. Пузикова, В.И. Яскевич

Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В.Сокольского, 050010, Алматы, Кунаева, 142

В последнее время большое внимание уделяется получению наноразмерных тонкопленочных материалов путем электроосаждения. Селенид кадмия является важным полупроводниковым соединением для производства фоторезисторов, светодиодов и солнечных элементов. Электрохимическое осаждение является перспективным методом для получения наноразмерных пленок селенида кадмия, который позволяет контролировать состояния поверхности и регулировать стехометрический состав и свойства осадка.

В данной работе пленки селенида кадмия были получены методом электроосаждения на различных подложках(стеклоуглерод, титан, молибден) и всесторонне изучены морфология поверхности и состав пленок. Электроосаждение выполняли при комнатных температурах, используя сернокислые электролиты, содержащие $8.7 \cdot 10^{-2}$М сульфата кадмия и $4.3 \cdot 10^{-3}$М селенистого натрия. Элементный анализ пленок на содержание компонентов и микрофотографии поверхности пленок селенида кадмия выполнены с помощью электронного сканирующего микроскопа с возможностями микроанализа «JSM 6610 LV» фирмы JEOL (Япония).

Таб.1. Результаты элементного анализа (ат %) пленок Se, полученных в потенциостатических условиях при различных типах освещения

Подложка	Содержание Cd и Se ат% (Среднее из трех определений)		Толщина пленки, мкм
	Cd	Se	
Стеклоуглерод	47,67	52,33	2,0
Молибден	48,72	51,28	0,65
Титан	53,53	46,47	0,8

Микрофотографии поверхности пленок свидетельствуют, что более однородная пленка получена на стеклоуглеродном электроде и толщина ее в два раза больше. На молибденовом электроде поверхность осадка рыхлая,

наблюдаются трещины и глобулярные образования. На титановом электроде также отмечены крупные круглые, а в ряде случаев игольчатые образования.

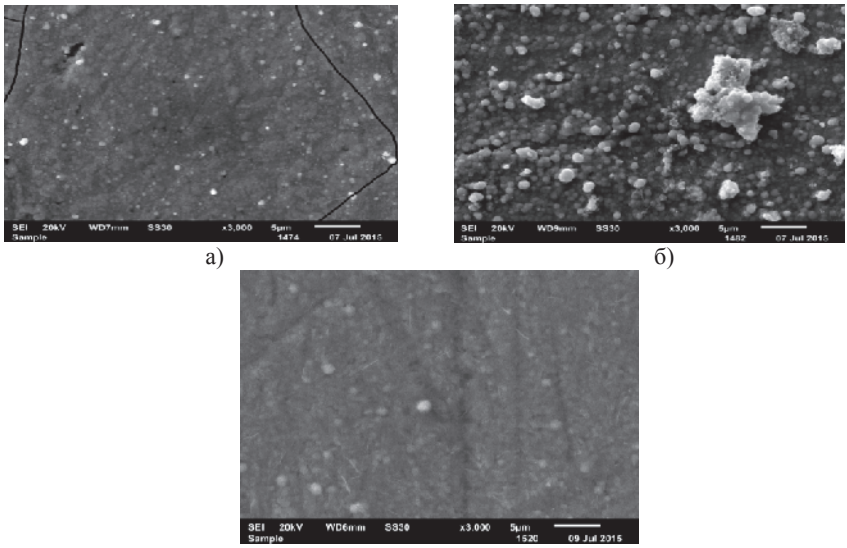


Рис. 1. Изображения СЭМ (JSM 6610 LV): а) электроосаждение CdSe на стеклоуглероде, б) электроосаждение CdSe на молибдене в) электроосаждение CdSe на титане.

По результатам исследования сделан вывод, что на стеклоуглеродной подложке возможно получение равномерно распределенного осадка, с размерами частиц 20-70 нм и небольшим преобладанием селена в составе осадка по сравнению со стехиометрическим составом. Состав близкий к соотношению Cd:Se=1:1 наблюдается на молибденовой подложке. Тогда как на титане осаждается увеличенное содержание кадмия. Стеклоуглеродные подложки рекомендованы для производства CdSe фотоанодов.

Аномальная асимметрия роста наностолбиков углерода на двух сторонах тонкой подложки, облучаемой сфокусированным пучком электронов

Г.С. Жданов, М.С. Ложкин, А.Д. Манухова

«Санкт-Петербургский государственный университет», г. Санкт-Петербург, Россия

Метод локального осаждения атомов различных элементов при разложении молекул химических соединений электронным лучом находит разнообразные применения [1]. Существенной помехой является “эффект близости”, связанный с расширением зоны воздействия луча из-за рассеяния электронов в образце. Природа этого эффекта во многом остается дискуссионной. Различные объяснения исходят из предположений о преобладающей роли того или другого типа рассеянных электронов. Использование тонких подложек сужает круг участников реакций и облегчает выделение наиболее важного звена. Моделирование , проведенное без учета поверхностной подвижности адсорбата, предсказывает рост наностолбиков примерно одинаковой формы с двух сторон тонкой подложки [2]. При увеличении времени осаждения ожидается замедление и затем полная остановка роста столбиков на нижней (относительно направления луча) стороне.

Исследуя динамику формирования наностолбиков углерода на подложках толщиной 35-200 нм мы столкнулись с ярко выраженной асимметрией роста. Вопреки ожиданиям скорость роста столбиков на нижней стороне подложки при определенных условиях на порядок и более превосходила скорость роста столбиков сверху. Опыты проводились в камере РЭМ при парциальном давлении остаточных углеводородов ~10^{-6} Па. Ускоряющее напряжение составляло 20кВ, ток луча диаметром ~1 нм варьировался в пределах 12-400пА. Осаждение углерода происходило на завершающем этапе последовательности физико-химических реакций с участием адсорбированных молекул углеводородов и рассеянных электронов. Некоторые характерные формы роста наностолбиков иллюстрируют рис.1 – 3.

Результаты объяснены взаимодействием вторичных электронов с молекулами, диффундирующими по подложке и боковой поверхности столбиков. Подложка выполняет роль фильтра, пропускающего первичные электроны, но задерживающего низковольтные рассеянные электроны.

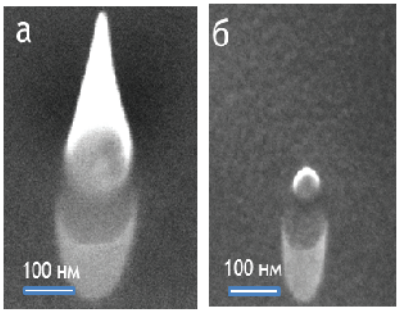


Рис.1 Наностолбики углерода, выросшие на двух сторонах подложки толщиной 35 нм за время t = 1мин при токах луча I = 12 пА (а), I = 370 пА (б). Вид сверху под углом 45^0.

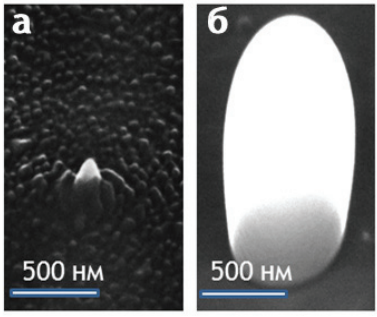


Рис.2 Наностолбики углерода на верхней (а) и нижней (б) сторонах подложки толщиной 180 нм, I = 380 пА, t = 5 мин. Вид сверху (а) и снизу (б) под углом 45^0.

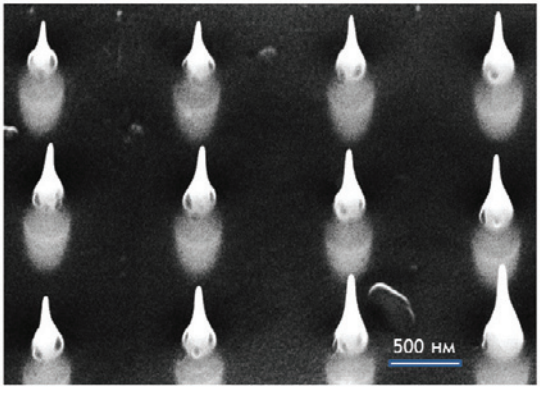


Рис.3 Проявление дальнодействия при выращивании массива столбиков на тонкой подложке. Каждый элемент массива подвергался прямому облучению в течение одинакового времени (3 мин.), но рост продолжался за счет захвата электронов, эмитируемых соседними столбиками в верхнем полупространстве. Высота столбиков зависит от их порядкового номера в массиве. Перемещение электронного луча происходило справа налево и снизу вверх.

1. *I.Utke, S.Moskalev , P.Russell*. Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams: Principles and Applications, (2012), Oxford
2. *Z.Q.Liu, K.Mitsuishi, K.Furuya*. Nanotechnology, (2006), **17**, 3832

Исследование процессов кристаллизации композиций на основе сегнетоэлектрических пленок

О.М. Жигалина[1], Д.Н. Хмеленин[1], А.С. Елшин[2], Н.Ю. Фирсова[2], Е.Д.Мишина[2], М.Ю. Пресняков[3], И.П. Пронин[4], И.Г. Лебо[2], К.А. Воротилов[2]

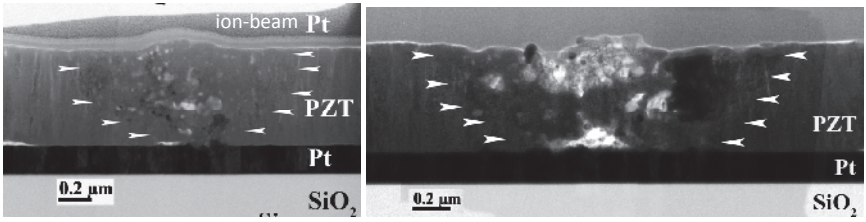
1 ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, 119333, г. Москва, Ленинский проспект 59, Россия
2 Московский государственный технический университет радиотехники, элекроники и автоматики, 119434, г. Москва, Проспект Вернадского 78, Россия
3 Научно-исследовательский центр «Курчатовский институт», 119434, г. Москва, ул. акад. Королева, Россия
4 ФГБУН Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26, Россия

Композиции на основе тонких сегнетоэлектрических пленок составляют немалую долю устройств микроэлектроники нового поколения [1]. Для перехода аморфной пленки в сегнетоэлектрическую фазу её подвергают отжигу. В большинстве случаев используется традиционный изотермический отжиг, однако для локальной кристаллизации слоев многослойных композиций с целью минимизировать нагрев элементов, окружающих функциональную область, может быть использован лазерный отжиг. В нашей работе проведено исследование и сравнение процессов кристаллизации сегнетоэлектрических пленок, нанесенных на платинированные кремниевые подложки и подвергнутых различным видам отжига.

Пленки цирконата-титаната свинца (PZT) толщиной 140-600 нм состава $Pb(Zr_{0,54}Ti_{0,46})O_3$+10-15%PbO наносили на платинированную кремниевую подложку методами высокочастотного магнетронного распыления или химического осаждения из растворов. Кристаллизацию аморфных пленок проводили с помощью изохронного отжига при T= 550-650^{0}C или лазерного отжига. В качестве источника лазерного излучения использовали фемтосекундный титан-сапфировый лазер с длиной волны 800 нм, длительностью импульсов 100 Фмс, частотой 100 МГц и длительностью облучения 0.1–30 с. Размер лазерного пятна на поверхности пленки составлял около 1 мкм. Структуру пленок исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и энергодисперсионного анализа с помощью микроскопов FEI Tecnai G^{2}30 ST и Tecnai Osiris. Поперечные срезы гетероструктур приготовлены фокусирующим ионным пучком (ФИП) либо методом ионного травления.

С помощью ПЭМ было показано, что в случае кристаллизации в процессе изотермического отжига сферические зародыши перовскита образуются по гетерогенному механизму на поверхности слоя Pt [2]. В случае взрывной кристаллизации при лазерном отжиге образование зародышей

начинается на поверхности сегнетоэлектрической пленки, фронт имеет форму полусферы, радиус которой составляет 150-900 нм, увеличивается при увеличении времени облучения и распространяется со скоростью 1.2 см/с [3]. При нанесении на поверхность пленки второго электрода сферические зародыши перовскитной фазы локализованы только в ее центральной части [4]. Полученные данные объяснены в рамках модели, учитывающей увеличение энергии активации в условиях возникновения значительных внутренних напряжений на интерфейсе пленка-металлический электрод в случае взрывной кристаллизации, индуцированной лазерным отжигом. Проведенные теоретические расчеты [3] хорошо согласуются с экспериментальными результатами.



а) *б)*

Рис. 1. ПЭМ-изображения поперечных срезов композиций PZT-Pt-SiO_2-Si после лазерного отжига в течение 4с (а) и 11с (б). Отожженные области отмечены белыми стрелками.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП ИК РАН и частично поддержана Министерством образования и науки РФ (проект № 11.144.2014).

1. *Воротилов К.А. Мухортов В.М., Сигов А.С. Интегрированные сегнетоэлектрические устройства. Монография / Под ред. чл.-корр. РАН А.С. Сигова. — Москва : Энергоатомиздат, 2011, 175 с.*

2. *K.Vorotilov, A.Sigov, D.Seregin, Yu.Podgorny, O.Zhigalina, D.Khmelenin.* Phase Transitions*,* 2013*, 86, 11, 1152-1165.*

3. A.S.Elshin, I.P.Pronin, O.M.Zhigalina, M.Yu.Presnyakov, D.N.Khmelenin, E.D.Mishina, V.I.Emel'yanov. Solid State Comm., 2015, 224, 5-9.

4. Д.Н. *Хмеленин, О.М. Жигалина, К.А. Воротилов, И.Г. Лебо.* ФТТ, 2012, 54, 5, 939-941.

ВРЭМ и электронная дифракция для фазового анализа сверхтонких сегнетоэлектрических плёнок $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$

С.С. Зарубин[1], Е.И. Суворова[1,2], А.Г. Черникова[1], А.М. Маркеев[1], А.В. Зенкевич[1,3]

1 Московский физико-технический институт (государственный университет), 141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9, Московская обл., Россия
2 Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский проспект, д. 59, Россия
3 Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, г. Москва, Каширское шоссе, д. 31, Россия

Сегнетоэлектрические плёнки имеют большое значение в микро- и наноэлектронике, поскольку являются функциональной основой устройств быстрой энергонезависимой памяти с низким энергопотреблением. Вместе с тем, сверхтонкие (толщиной 3-4 нм) сегнетоэлектрические плёнки позволяют реализовать новый тип энергонезависимой памяти, основанной на концепции сегнетоэлектрического туннельного перехода, в котором сопротивление между электродами с разной работой выхода определяется формой потенциального барьера, зависящей от направления поляризации туннельно-прозрачного слоя сегнетоэлектрика [1,2].

Данная работа посвящена исследованию структурных свойств сверхтонких (2,5-10 нм) сегнетоэлектрических плёнок $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ [3,4]. Плёнка $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ толщиной 10 нм (рис. 1а) и сверхтонкая (2,5 нм) плёнка $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ (рис. 1б) были выращены методом атомно-слоевого осаждения (АСО) на подслое TiN и на высоколегированном Si соответственно. Кристаллизация изначально аморфных плёнок происходит в процессе роста верхнего электрода из TiN методом АСО при температуре 400°C. Сегнетоэлектрические свойства плёнок установлены методом микроскопии пьезоотклика, а также точным измерением токов переполяризации (т.н. PUND-измерениями). Анализ картин электронной дифракции (рис. 2б) показывает, что плёнки поликристаллические и в них присутствуют как моноклинная фаза, так и *нецентросимметричная* орторомбическая фаза $Pbc2_1$. Однако кольцевые дифракционные картины этих фаз отличаются незначительно, поэтому для достоверной идентификации орторомбической фазы было дополнительно проведено сравнение экспериментальных и моделированных ВРЭМ изображений. Так, на рис. 2в показано соответствие ВРЭМ изображения кристаллита изображению орторомбической фазы вдоль зонной оси . Таким образом, в плёнках $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ присутствует нецентросимметричная орторомбическая фаза, которая является причиной сегнетоэлектрического эффекта.

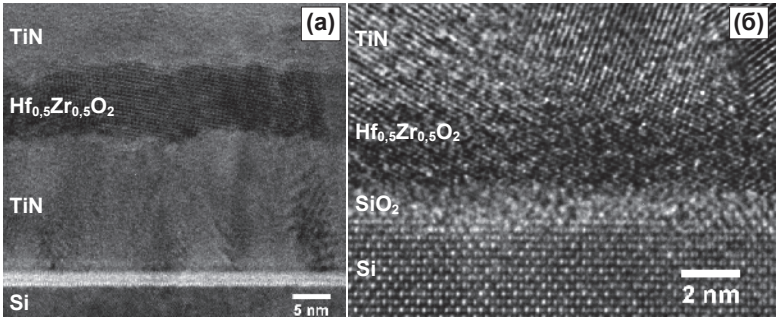


Рис. 1. ВРЭМ изображения поперечных сечений структур с $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ толщиной 10нм (а) и 2,5 нм (б).

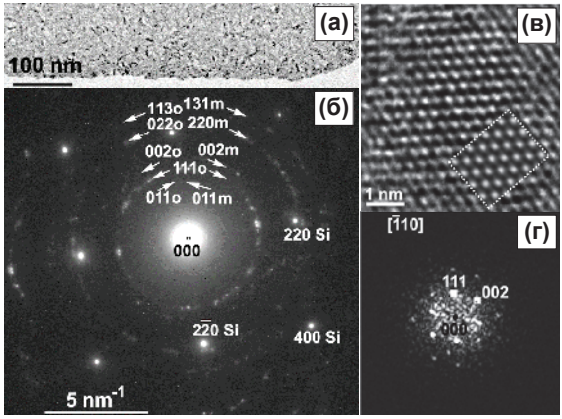


Рис. 2. $Hf_{0,5}Zr_{0,5}O_2$ толщиной 2,5 нм, образец «в плане»: светлопольное изображение (а); электронограмма (индексы Миллера, обозначенные как o и m, относятся к кольцам от орторомбической и моноклинной фаз) (б); увеличенное ВРЭМ изображение отдельного кристаллита с наложенным моделированным изображением (в прямоугольнике) (в) и его дифрактограмма (г).

1. *E.Y. Tsymbal, H. Kohlstedt.* Science, 2006, 313, 181-183.

2. *H. Kohlstedt, N.A. Pertsev, J. Rodríguez Contreras, R. Waser.* Phys. Rev. B, 2005, 72, 125341.

3. *J. Müller, T.S. Böscke, U. Schröder, S. Mueller, D. Bräuhaus, U. Böttger, L. Frey, T. Mikolajick.* Nano Lett., 2012, 12, 4318-4323.

4. *A. Chernikova, M. Kozodaev, A. Markeev, D. Negrov, M. Spiridonov, S. Zarubin, O. Bak, P. Buragohain, H. Lu, E. Suvorova, A. Gruverman, A. Zenkevich.* ACS Appl. Mater. Interfaces, 2016 (принято к публикации).

Наноразмерное фазообразование и оптимизация функциональных свойств в тонких пленках двойных оксидов LaxHf1-xOy

П.Р. Казанский[1], Т.Г. Дмитриева[1], Т.П. Смирнова[2]

1 ООО «Системы для Микроскопии и Анализа», г. Москва, РФ
2 Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск, РФ

Тонкие диэлектрические пленки с высоким значением диэлектрической проницаемости (High-k диэлектрики) являются ключевыми материалами для технологий получения ячеек памяти с высокой информационной плотностью.

Целью данной работы было исследование структуры, как основного носителя функциональных свойств материалов, и процессов фазообразования в пленочных наноразмерных структурах, синтезируемых в системе Hf-La-O.

В настоящем исследовании пленки Hf1-xLaxOy получали методом MO CVD (химического осаждения из газовой фазы с использованием летучих металлорганических соединений Hf и La). С целью установления зависимости структуры и микроструктуры пленок от концентрации РЕ (редкоземельный элемент) были целенаправленно синтезированы образцы с различной концентрацией РЕ и вариацией концентрации РЕ по толщине пленок.

Микроструктура тонких пленок исследовалась методами высокоразрешающей электронной микроскопии и электронографии. Одним из основных условий для получения достоверных данных при идентификации структурных типов фаз, формирующихся в тонких пленках, получаемых в системе Hf-La-O, является установление химического состава и характера распределения элементов по толщине пленок. Для этого на рентгеновском фотоэлектронном спектрометре (РФЭС) PHI VersaProbe II производилось профилирование пленок по толщине.

На рис 1a показан характер распределения в образце с однородным по толщине легированием лантаном в процессе роста пленок в системе Hf-La-O. На рис. 1 (b, c) показано распределение элементов в образцах, в которых в процессе их получения варьировалась концентрация элементов по толщине. Представленные на рис. 1a и 1b данные были получены методом электронно-зондового микрорентгеноспектрального анализа на тонкой фольге в аналитическом сканирующем просвечивающем электронном микроскопе. Представленные на рис. 1c данные были получены при профилировании химического состава пленки методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

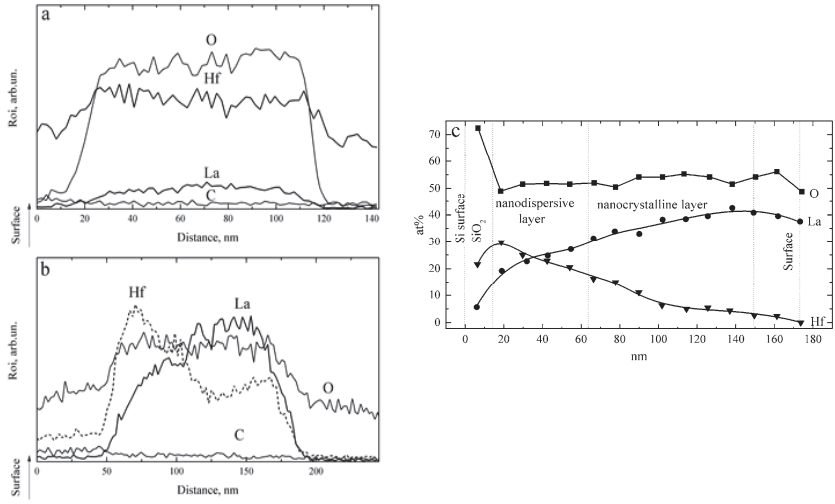


Рис.1. Профили линий распределения элементов по толщине со средней концентрацией лантана по образцу: a – 4ат.%, b – 18 ат.% и c – 30 ат.%

Данные структурных исследований пленок в системе Hf-La-O и зависимость диэлектрической проницаемости от содержания лантана позволяют сделать вывод о том, что резкое падение k связано с образованием пирохлора в системе.

В результате проведенных исследований было установлено, что оптимальным с точки зрения структурной гомогенности и диэлектрической проницаемости диапазоном CLA является диапазон 30% < CLa < 37%: область существования квазиаморфной структуры пленки без включений C-La_2O_3.

1. T.P.Smirnova, L.V.Yakovkina, V.O.Borisov. Phase formation in doubleoxide films of Hf–La–O system. Journal of Crystal Growth 377 (2013) 212–216.

2. T. P. Smirnova, L. V. Yakovkina, V. O. Borisov, V. N. Kichai, V. V. Kaichev, and A. A. Saraev. Growth, Chemical Composition, and Structure of Thin LaxHf1-xOy Films on Si. Inorganic Materials, 2014, Vol. 50, No. 2, pp. 158–164.

ПЭМ исследование нитевидных нанокристаллов оксида меди

А.Е. Калмыков[1], Д.А. Кириленко[1], А.В. Мясоедов[1], Л.М. Сорокин[1], А.Е. Романов[1,2,3], А.А. Викарчук[3], М.В. Дорогов[3]

1 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия
2 Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, г. Санкт-Петербург, Россия
3 Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти, Россия

Одним из видов кристаллических наноструктур являются нитевидные нанокристаллы (ННК), которые характеризуются высоким значением аспектного отношения: их длина может составлять десятки микрон, а диаметр – десятки нанометров. В частности, привлекают внимание оксидные ННК благодаря их качественно новым механическим свойствам [1], высокой фотокаталитической активности [2] и эмиссионным свойствам [3].

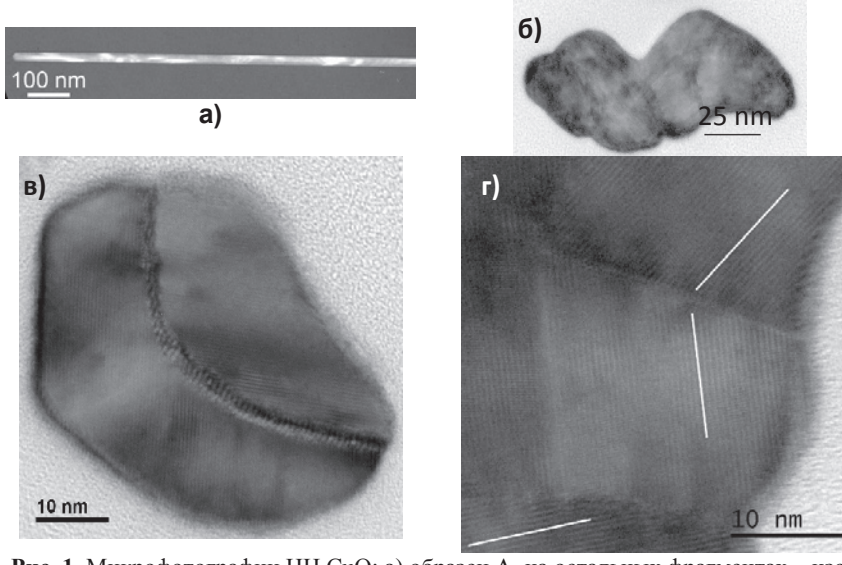


Рис. 1. Микрофотографии ННК CuO: а) образец А, на остальных фрагментах – изображения образцов Б; б) мультикристалл: в) бикристалл; г) изображение фрагмента мультикристалла, линии подчеркивают плоскости (001).

Достижение высоких характеристик ННК обеспечивается за счет точного регулирования формы и размеров, управлять которыми невозможно без представления о механизмах роста. Выявить механизмы образования и роста ННК позволяет исследование их морфологии и структуры.

В данной работе проведено исследование структуры НН CuO методом просвечивающей электронной микроскопии. Для синтеза НН в качестве подложки использовали сетку из нержавеющей стали с ячейкой 40 мкм, на которую методом электроосаждения наносили слой меди. Последующий отжиг приводил к образованию НН. Образцы для ПЭМ представляли собой либо фрагменты стальной сетки с сформированными на ней НН без какой-либо дополнительной обработки (образцы А), либо поперечные срезы НН, приготовленные по методике аналогичной предложенной для изучения нанотрубок [4] (образцы Б). Следует подчеркнуть, что исследование именно поперечных срезов дало решающую информацию о структуре НН.

Установлено, что НН представляют собой либо мультикристаллы, либо бикристаллы (рис. 1). Граница между составными частями НН может быть кристаллографической плоскостью, либо иметь изогнутую форму, или представлять собой фасетированную поверхность. Определено направление роста НН, выявлены ориентационные соотношения между составными частями НН, плоскости их сопряжения. Некоторые составные части НН являются зеркальными отражениями друг относительно друга и в этом смысле они представляют собой двойники.

1. *А.Н. Абрамова, М.В. Дорогов, S. Vlassov, I. Kink, Л.М. Дорогин, R. Lõhmus, А.Е. Романов, А.А. Викарчук.* Materials Physics and Mechanics 19 (2014) 88-95

2. *L. Wang, Q. Zhou, G. Zhang, Y. Liang, B. Wang, W. Zhang,. et al.* Mater Lett 2012;74:217–9.

3. *Y.W. Zhu, T. Yu, F.C. Cheong, X.J. Xu, C.T. Lim, V.B.C. Tan, et al.* Nanotechnology 2005;16:88–92.

4. *M. Gec, K. Žagar, B. Bußmann, P. A. van Aken, M. Čeh*. MC2009, 2, pp. 245-246.

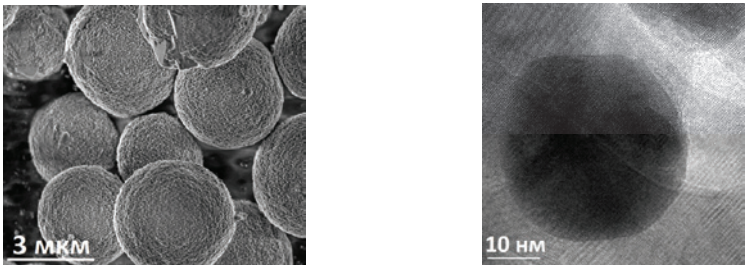
Исследование микроструктуры пористых частиц $CaCO_3$, модифицированных наночастицами Ag, методами РЭМ, П(Р)ЭМ, включая электронную томографию

Р.А. Камышинский[1,2], А.А. Михуткин[2], Ю.М. Чесноков[2], И.В. Марченко [2,3], Б.В. Парахонский[3,4], Т.В. Букреева[2,3], А.Л. Васильев[2]

1 Московский физико-технический институт (государственный университет), 141700 Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский переулок, д. 9
2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182 Россия, г. Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1
3 Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, 119333 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 59
4 Саратовский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского, 410012 Россия, г. Саратов, ул. Астраханская, д. 83

В качестве сенсорной платформы для биологических систем предложено использовать биосовместимые пористые неорганические частицы, модифицированные биополиэлектролитами и наночастицами Ag, подобные исследованным в [1]. Модификация наночастицами позволяет получить гигантское комбинационное рассеяние (ГКР) света от одиночных молекул, находящихся на расстоянии нескольких нанометров от так называемых горячих точек, образованных агрегатами наночастиц серебра, и таким образом создать биосенсор на основе ГКР платформы. Прохождение разработанных систем через клеточную мембрану за счет модификации поверхности пористых частиц или за счет варьирования их формы и, как следствие, их проникновение в клетку обеспечит уникальную возможность исследования внутриклеточных процессов, включая изучение метаболизма в клетках в условиях различных внешних воздействий.

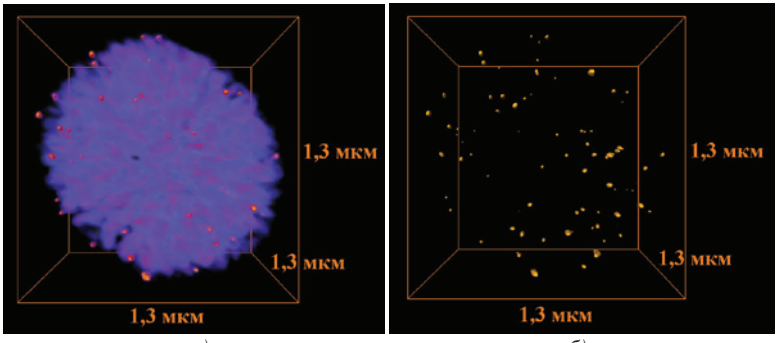
Различными методами электронной микроскопии, а именно растровой (РЭМ), просвечивающей (ПЭМ) и просвечивающей растровой (ПРЭМ), проведено исследование микроструктуры сферических и эллиптических пористых частиц карбоната кальция, модифицированных наночастицами серебра. Установлено, что размеры кальций карбонатных носителей (рис. 1а) лежат в пределах 0,9-3,7 мкм (в зависимости от образца), что хорошо согласуется с ожидаемыми результатами. Наночастицы серебра (рис. 1б) округлые, средний размер составляет 35 нм, распределены по 20-50 частиц на мкм^2, причем наименьшая концентрация наблюдается в центре образца.



а) *б)*

Рис. 1. а) РЭМ-изображение частиц $CaCO_3$; б) ПЭМ-изображение наночастиц Ag.

Измерения проводились по двумерным изображениям и не могли в полной мере охарактеризовать реальное трехмерное распределение наночастиц серебра в капсуле. Поэтому для более детального изучения распределения наночастиц серебра в капсуле применялся метод электронной томографии. Трехмерная модель исследуемого объекта (рис. 2а), восстановленная после обработки серии изображений, полученных под различными углами в ПРЭМ, позволила визуализировать картину пространственного распределения частиц в капсуле. Сегментирование серебряных частиц (рис. 2б) дало возможность получить численные характеристики их морфологии и распределения.



а) *б)*

Рис. 2. а) Трехмерная визуализация $CaCO_3$-носителей с наночастицами Ag; б) Трехмерная реконструкция поверхности наночастиц Ag.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ, грант № 15-29-01172-офи_м.

1. *Lyubutin I.S., Starchikov S.S., Bukreeva T.V., et al.* Materials Science and Engineering C. 2014. V. 45. P. 225-233.

Исследование влияния облучения быстрыми протонами на изменения микроструктуры Nb_3Sn методами электронной микроскопии

И.А. Каратеев, А.В. Лунёв, А.И. Рязанов, А.Л. Васильев

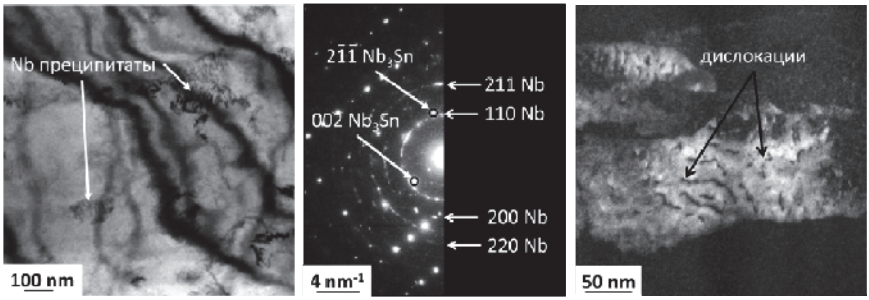
НИЦ «Курчатовский институт», 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1, Россия

В качестве обмотки соленоидов промышленных сверхпроводящих магнитов в настоящее время используются композитные провода из волокон интерметаллида Nb_3Sn, погруженных в пластичную бронзовую матрицу и сверхпроводящие свойства этих магнитов определяются структурой самих волокон. При эксплуатации магнитов из сверхпроводящих материалов в Большом Адронном Коллайдере (БАК) в ЦЕРНе в результате взаимодействия этих материалов с потоком быстрых вторичных частиц, которые образуются в результате ядерных реакций вблизи магнитов БАК, структурно-фазовое состояние сверхпроводящих волокон может изменяться. Возможное выделение новых фаз в сверхпроводниках в результате облучения может отрицательно сказаться на физических свойствах сверхпроводников. В данной работе методами электронной микроскопии (ЭМ) выявлены особенности радиационного воздействия на микроструктуру и фазовый состав модельных сверхпроводящих фольг Nb_3Sn после имитационных экспериментов с помощью облучения этих материалов быстрыми протонами с энергиями 10 МэВ на циклотроне НИЦ КИ.

В ходе проведенных исследований в образцах до и после облучения была обнаружена гетерогенность состава – кроме Nb_3Sn обнаружены преципитаты NbO, а также $NbSn_2$ и Sn. Их присутствие подтверждено методами электронной дифракции. Была исследована радиационная стабильность данных преципитатов, построены функции распределения преципитатов по размерам в облученных и необлученных образцах. Было установлено, что при облучении размер преципитатов Sn уменьшается, что возможно связано с распылением их поверхностных слоев за счет каскадов атомных столкновений, которые образуются под действием протонного облучения. Влияние протонного облучения на размеры преципитатов NbO не установлено.

Данные электронной дифракции и просвечивающей ЭМ, однозначно показали, что после облучения в материале Nb_3Sn формируются поликристаллические выделения Nb, показанные на рисунке 1, причем с увеличением дозы облучения их размер и плотность увеличиваются. Кроме этого, по данным высокоразрешающей просвечивающей/растровой ЭМ (Рисунок 2), с ростом дозы все интенсивнее начинает проявляться эффект

антисайтинга – атомы Nb переходят в колонку Sn, и наоборот, атомы Sn в колонку Nb. В работе были произведены численные оценки величины эффекта антисайтинга по интенсивности пятен на темнопольном ПРЭМ изображении высокого разрешения.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. а) Светлопольное ПЭМ изображение Nb преципитатов появившихся после облучения (Titan 80-300); б) дифракция от области преципитатов (Titan 80-300); в) темнопольное ПЭМ изображение, полученное в рефлексе Nb (Titan 80-300).

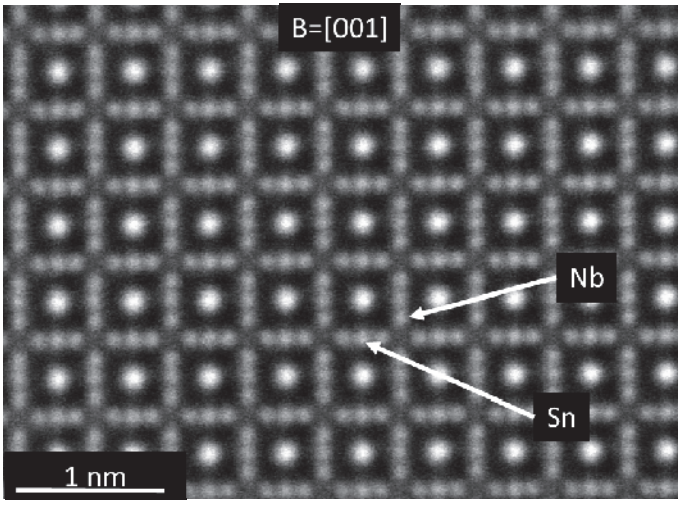


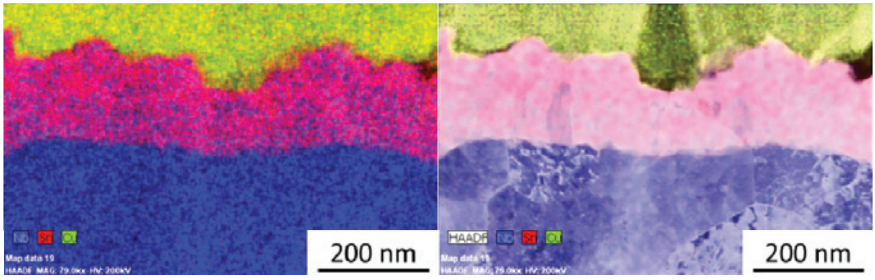
Рис. 2. Темнопольное ПРЭМ изображение (Titan 80-300), облученного кристалла Nb_3Sn.

Исследование начальных этапов роста сверхпроводящей фазы в сверхпроводниках на основе Nb_3Sn методами электронной микроскопии

И.А. Каратеев[1], А.Л. Васильев[1], И.М. Абдюханов[2], М.В. Алексеев[2], А.С. Цаплева[2], Е.А. Дергунова[2], М.О. Курилкин[2]

1-НИЦ «Курчатовский институт», 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1, Россия
2-ВНИИНМ им. академика А.А. Бочвара, 123098, г. Москва, ул. Рогова, д. 5а, Россия

Сверхпроводники на основе Nb_3Sn используются во многих международных проектах (ИТЭР, модернизированный БАК), где необходимы сильные магнитные поля и высокие значения токов. Однако характеристики создаваемых сверхпроводников пока еще не достигли максимума. Для увеличения электрофизических характеристик необходимо четкое понимание процессов фазообразования при формировании сверхпроводящего Nb_3Sn слоя. В представленной работе исследованы процессы твердофазной диффузии, как на начальной стадии формирования сверхпроводящей фазы, так и при более длительном отжиге. Рассмотрено влияние плотности межзеренных границ ниобия и различных режимов диффузионного отжига на процесс роста интерметаллического слоя. Микроструктурные исследования выполнены методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновского энергодисперсионного микроанализа. Проведена оценка скорости формирования фазы A15 при отжиге при постоянной температуре, изучена микроструктура сверхпроводников и оценено содержание Sn в сверхпроводящих слоях, в окружающей матрице и в Nb. Обнаружено, что плотность межзеренных границ Nb слабо влияет на скорость твердофазной реакции, что подтверждается отсутствием диффузии олова по границам зерен. Формирования зародышей сверхпроводящей фазы в Nb на ранних стадиях реакции не выявлено (Рисунок 1).



а) *б)*

Рис 1. Комбинированное изображение распределений а) Nb, Sn, Cu; б) Nb, Sn, Cu и зеренной структуры волокна, в образце с высокой плотностью границ при диффузионном отжиге в течение часа при температуре 600 °C. (ПЭМ, Osiris с X-FEG и SuperX детектором)

Сравнение методов бинаризации трехмерных объектов, полученных методом FIB-томографии

Т.С. Кириллова[1], К.А. Петров[1], Е.Б. Модин[1], Е.В. Пустовалов[1], Е.К. Папынов[1,2], О.О. Шичалин[2]

1 Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Суханова 8, 690950
2 Институт химии ДВО РАН, г. Владивосток, Россия

В процессе исследования трехмерных образцов одной из задач является разбиение объекта на области, которые можно получить с помощью различных методов бинаризации. Методы качественной бинаризации необходимы для вычисления и оценки статических характеристик трехмерных объектов.

Сравнение происходило между тремя методами бинаризации: пороговая бинаризация, гистерезисная пороговая бинаризация и мультипороговая бинаризация. Данные алгоритмы применялись на трехмерных данных, полученных методом FIB-томографии в двухлучевом растровом электронном микроскопе при исследовании образца гематита (минерал жезела Fe_2O_3), полученного методом плазменного спекания на установке SPS-515S фирмы «Dr. Sinter Lab» (Япония). Визуальная модель образца представлена на рисунке 1.

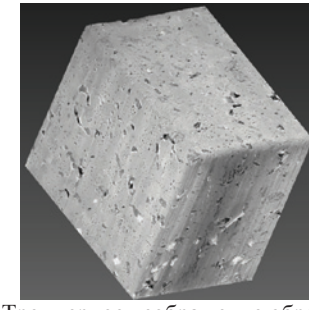


Рис. 1. Трехмерное изображение образца Fe_2O_3

Пороговая бинаризация делит объект на две области, одна из которых содержит все пиксели ниже заданного порога, другая выше порога. Данный алгоритм приводит к сильно замушленному результату. Гистерезисная пороговая бинаризация (Hysteresis thresholding) использует петлю гистерезиса, чтобы обеспечить более связный пороговый результат. Параметры нижнего и высшего порога задаются согласно интервалу уровня яркости ис-

ходного изображения. Результат также представляет собой зашумленный трехмерных объект.

Алгоритм мультипороговой бинаризации позволяет получить до пяти различных областей, разделенных четырьмя различными пороговыми значениями. Для того чтобы найти подходящие пороговые значения, строится гистограмма, показывающая число появлений значений вокселов. Построенная гистограмма изображена на рисунке 2. Сегмент границы между областями по данному алгоритму был установлен в минимумах между последовательными пиками. Изображения, полученные методом мультипороговой бинаризации, представлены на рисунке 3-а и 3-б.

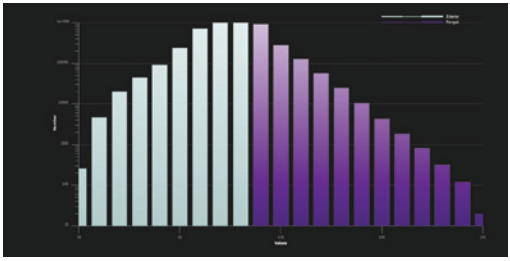
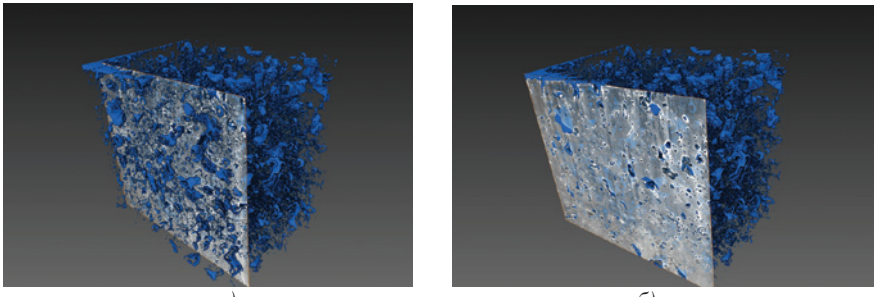


Рис. 2. Гистограмма, показывающая число появлений значений вокселов исследуемого образца.



а) *б)*

Рис. 3. Изображения, полученные методом мультипороговой бинаризации: а) трехмерный бинаризованный объект и 26-ой срез исходного образца; б) трехмерный бинаризованный объект и 2-ой срез исходного образца.

В ходе сравнения пороговой бинаризации, гистерезисной пороговой и мультипороговой бинаризации было выяснено, что мультипороговая бинаризация наиболее качественно разделяет объекты на области.

1. FEI Avizo® 3D User's Guide, 2015. Электронный ресурс. Режим доступа: http://www.fei.com/software/avizo-3d-user-guide.pdf

Исследование структурных превращений в сплавах Al-Ni-Fe-La при облучении ионами углерода

Н.Н. Колобылина[1], Н.Д. Бахтеева[2], Е.В. Тодорова[2], А.Г. Иванова[3], А.Л. Васильев[1,3]

[1] *Россия, НИЦ «Курчатовский Институт»,*
[2] *Россия, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,*
[3] *Институт кристаллографии им.А.В.Шубникова РАН, Москва*

Легирование алюминия переходными и редкоземельными металлами, впервые предложенное в 1988 г. [1, 2], открыло возможность формирования аморфных и аморфно-нанокристаллических композитов, обладающих улучшенными физико-химическими свойствами при сохранении низкого удельного веса, необходимого для материалов аэрокосмической индустрии. Аморфные и поликристаллические сплавы на основе Al-Ni-Fe-La, подвергнутые температурным и механическим воздействиям, были исследованы ранее [3,4]. В данной работе представлены результаты исследования структурного состояния и элементного состава аморфного и поликристаллического сплавов Al-Ni-Fe-La до и после облучения быстрыми ионами $^{12}C^{+3}$ с энергией 38 МэВ и флюенсом $F=5\cdot10^{16}$ в течение 3 часов (с охлаждением образцов водой). Исследования выполнены методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на электронном микроскопе Titan 80-300 TEM/STEM (FEI, США) при ускоряющем напряжении 300 кВ. Образцы для ПЭМ/ПРЭМ исследований были изготовлены методом фокусированного ионного пучка в двухлучевом электронно-ионном микроскопе Helios (FEI, США). Рентгенодифракционные исследования проводились на дифрактометре XPertPro (PANanalitical) в Cu-Kα- излучении.

В аморфном сплаве при облучении ионами $^{12}C^{+}$ происходит кристаллизация аморфной структуры с образованием многофазного нанокристаллического композита, содержащего гцк-Al, интерметаллиды Al_4La, $Al_9(Ni, Fe)_2$, $Al_3(Ni, Fe)$ и $Al_8La(Fe,Ni)_2$. Это подтверждается данными рентгеновской дифрактометрии, представленными на рис. 1 (а) и рис. 1 (б), полученные до и после облучения аморфного образца. ПЭМ высокого разрешения также указывает на формирование частиц гцк-Al (Рис. 2 а) и интерметаллидов (рис. 2 б), с областями аморфной матрицы. Муаровый контраст от зерен интерметаллидов свидетельствует о высокой концентрации дефектов кристаллической структуры. Развитие многофазной нанокристаллизации сопровождается существенным повышением микротвердости до величины 683 HV25, это обусловлено высоким содержанием интерметаллидов, имеющих в кристаллическом состоянии высокую твердость, существенно превышающую значения твердости аморфного сплава.

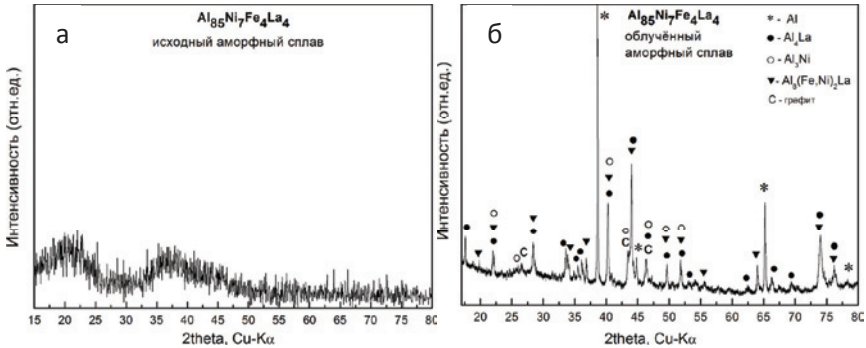


Рис. 1. Рентгенограммы аморфного сплава $Al_{85}Ni_7Fe_4La_4$ до (А) и после (Б) облучения ионами углерода; Обозначения: * - гцк Al, ● - $Al_{11}La_3$, О - Al_3Ni, ▼ – $Al_8(Fe,Ni)_2La$.

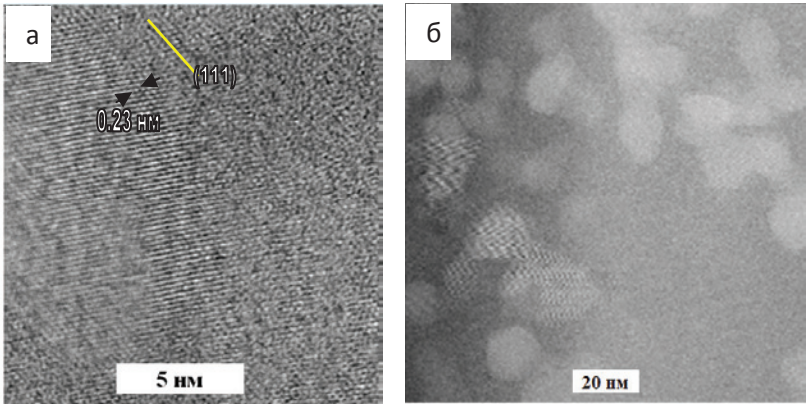


Рис.2. - Светлопольное ПЭМ изображение сплава $Al_{85}Ni_7Fe_4La_4$ после облучения ионами $^{12}C^{+3}$: (а)- Изображение частицы гцк-Al, (б)-изображение группы зерен интерметаллидов. Муар на изображениях частиц указывает на дефектность структуры.

Работа частично выполнена на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС-технологий НИЦ “Курчатовский институт” и ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки (проект №RFMEFI62114X0005).

1. *Inoue A., Ohtera K., Tsai A.P., et al*. Jpn. J. Appl. Phys. 1988. v.27. p.479.
2. *He Y., Poon S.J., Shiflet* G.J. Science. 1988. v.241. p.1640.
3. *N.D. Bakhteeva, E.V. Todorova, P.A. Volkov*, *et al.* Rus. Metal. (Metally), v.2012, № 5, p.404.
4. *A.L. Vasil'ev, A. G. Ivanova, N. D.Bakhteeva, et al.* Crystallog. Rep. 2015 v.60. p. 23.

Микроструктуры, образующиеся в тонких пленках сурьмы

В.Ю. Колосов, А.А. Юшков, Л.М. Веретенников

Уральский федеральный университет, ИЕН, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина, 51

Материалы на основе Sb широко применяются для запоминающих устройств на эффекте фазового перехода. Особый интерес представляет мгновенная «взрывная» кристаллизация сурьмы. Она давно известна именно по вакуумным конденсатам Sb, и лишь позднее , но подробнее, изучалась различными специалистами и методами для Ge и Si.

Плёнки сурьмы напыляли в вакууме через маску для создания сильного градиента толщины (0 до 40нм на участке менее 1 мм). Отделённую от подложки плёнку на стандартных сеточках исследовали в ПЭМ JEM-2100 в режимах светлого и темного полей, микродифракции, в т.ч. сканирования на просвет и на отражение и микрорентгеноспектрального анализа (МРА).

Вдоль градиента толщины с увеличением содержания Sb (подтверждено МРА) происходит переход от островковой аморфной фазы (выявляемой по галло на электронограммах) к лабиринтной, рис. 1. Островки малых размеров имеют большой разброс (от нескольких нм до 10-20 нм). При переходе к лабиринтной структуре их размер несколько увеличивается (около 40нм), разброс по размерам уменьшается, а плотность растет от 250/мкм^2 до 500/мкм^2. В участках лабиринтной структуры останавливается фронт кристаллизации, идущей от более толстых участков сплошной плёнки Sb. В закристаллизованных участках формируются изгибные контуры, особенно ярко проявляющиеся в более толстых участках, рис.2. Они свидетельствуют о заметном изгибе решётки и позволяют предполагать исходное аморфное состояние во всей плёнке после напыления. С ростом толщины пленки наблюдается изменяющееся текстурирование по кристаллографической ориентировке и по морфологии в виде лентообразных блоков-зёрен (10^2-10^3 нм * 2-10 мкм), нередко напоминающей «ёлочный»паркет.

Яркие изгибные контуры индицировались, рис.3, межконтурные расстояния в с.п. и т.п. измерялись [1] для расчётов искривления решётки (градиентов разориентировки решётки) и толщины кристаллов. Показано, что с уменьшением толщины радиус изгиба (вокруг оси, лежащей в плоскости плёнки) уменьшался на порядок, от ~ 5 до ~ 0.5 мкм. Это соответствует росту искривлению решётки до 120°/мкм, выявленному ранее для других веществ.

[1] *V.Yu. Kolosov, A.R. Thölen.* Acta Mater., 2000, **48**, 1829–1840.

Поддержано Минобрнауки и Прог. 211 правительства РФ (№ 02.A03.21.0006).

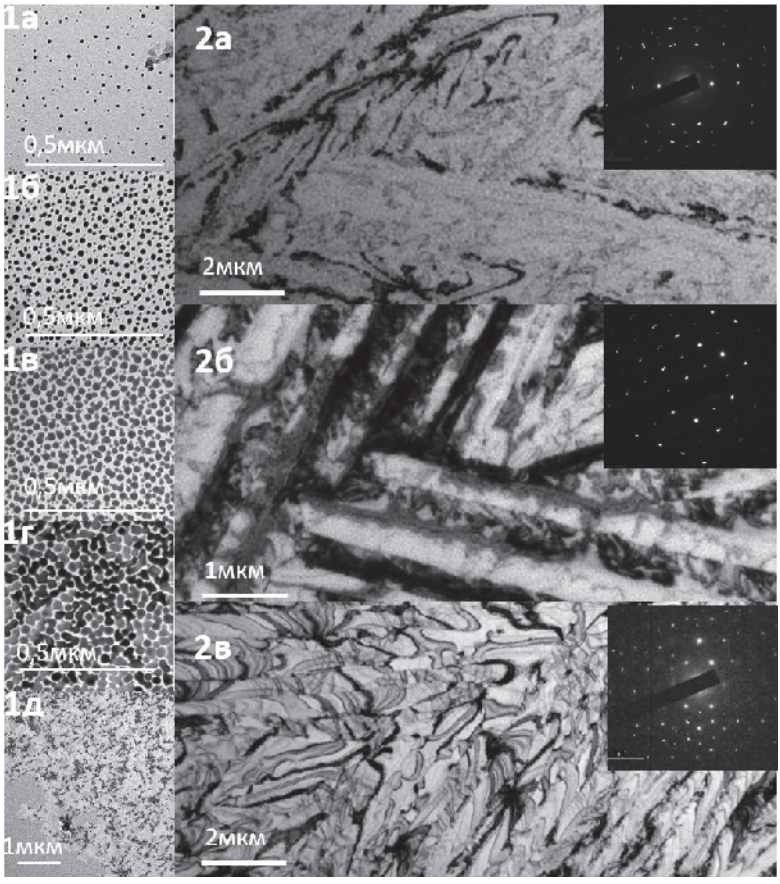


Рис.1. Снимки островковой плёнки, снятые вдоль градиента в сторону роста содержания Sb **(а-г)** и границы кристалл-аморф **(д).**

Рис.2. Изменения текстуры сплошной плёнки по мере дальнейшего возрастания толщины **(а-в)** с электронограммами.

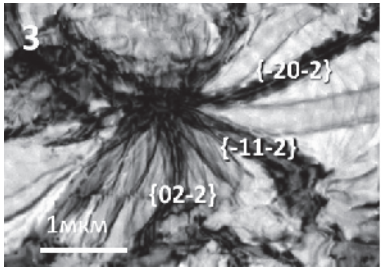


Рис.3. Типичная зонно-осевая картина (более яркие контуры проиндицированы).

Электронная микроскопия двуслойных пленок Cu-Sb

В.Ю. Колосов[1], Л.М. Веретенников[1,2], А.А. Юшков[1]

1 Уральский федеральный университет, 620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51
2 Уральский государственный экономический университет, ул. 8-е Марта, 62

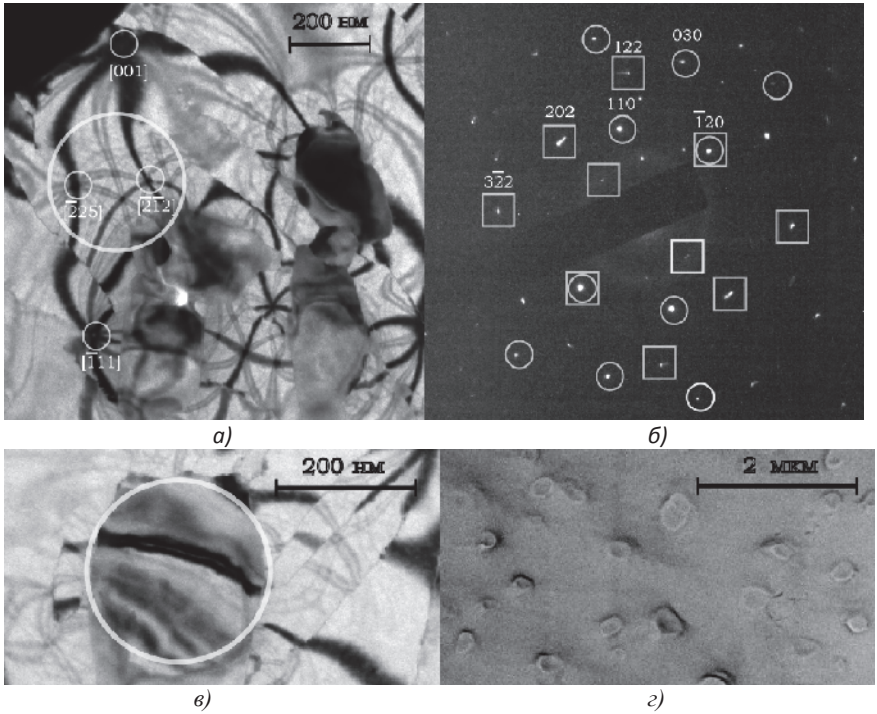
Тонкие плёнки на основе Sb используются в устройствах и разработках энергонезависимой памяти (на фазовых переходах аморфная фаза – кристалл) и термоэлектриков. В данной работе методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и сканирующей микроскопии (СЭМ) исследовались кристаллы, растущие в тонких двухслойных пленках Cu-Sb.

Пленки толщиной 10-20 нм были получены последовательным (сначала медь, а поверх нее сурьма) термическим распылением веществ в вакууме $\sim 10^{-3}$ Па на слюду, предварительно покрытую слоем аморфного углерода. Исследования проведены на JEM-2100 (200 Кв) и LVEM5 (5 Кв) с использованием метода изгибных контуров экстинкции [1] и микродифракции, с привлечением рентгеновского микроанализа, а также СЭМ и СПЭМ этих же микроскопов.

Вся пленка закристаллизована, вероятно из промежуточного аморфного состояния, о чём свидельствуют малодефектные зерна-монокристаллы и многочисленные совершенные картины изгибных контуров, характерные для кристаллизации аморфных плёнок. В мелкокристаллической плёнке, наблюдаются преимущественно зёрна Sb с ориентировками близкими к [001] (рис.1, а), а также менее прозрачные участки для ПЭМ (т.е. более толстые) с отдельными мелкими кристаллами Cu_2Sb (рис. 1, в, г), размерами до 0,5 мкм (рис. 1, г). Оба типа кристаллов имели решетку с внутренним искривлением (Sb – более, Cu_2Sb – менее сильным). Искривление плоскостей решетки кристаллов, растущих в тонких пленках, наблюдается достаточно часто и может достигать больших значений – до120^0 на 1 мкм [2] и более.

Искривление плоскостей кристаллической решетки сурьмы рассчитывалось преимущественно по зонно-осевым картинам. На рис. 1, а указаны оси зон, которые использовались для расчета искривления решётки. Между осями зон [001] и $[\bar{2}\,\bar{1}\,2]$ угол $18{,}3^0$ и искривление кристаллической решетки (градиент разориентировки вокруг оси, лежащей в плоскости плёнки) составляет 54^0 на 1 мкм, а между осями зон $[\bar{2}\,2\,5]$ и $[\bar{2}\,\bar{1}\,2]$ угол $16{,}7^0$ и искривление 101^0 на 1 мкм. Локальный изгиб решетки кристалла Cu_2Sb рассчитывался по расстоянию между яркими изгибными контурами [020] и $[0\,\bar{2}\,0]$ (рис.1, в): радиус изгиба равен 0,75 мкм, а искривление плоскостей кристаллической решетки 80^0 на 1 мкм. Толщина кристаллов оценивалась с

помощью темнопольных изображений кристаллов в свете наиболее ярких рефлексов дифракционных картин по расстоянию между дополнительными максимумами [3] (ближними, т.к. дальние отсутствовали). Для обоих кристаллов такие несколько заниженные оценки толщины дают порядок 0,01 мкм.



а) *б)*

в) *г)*

Рис. 1. Изображения кристаллов в двухслойных пленках Cu-Sb: а) ПЭМ изображения закристаллизованного участка сурьмы - маленькими кружками отмечены кристаллографические оси зон, а большим область кристалла с которой получена дифракционная картина; б) дифракционная картина, полученная от выделенного участка плёнки сурьмы - кружками отмечены рефлексы, отвечающие оси зоны [001], а квадратами - оси зоны [$\bar{2}\bar{1}2$]; в) ПЭМ изображение кристалла Cu_2Sb (выделено кругом, ось зоны [100]); г) СЭМ изображение участка закристаллизованной пленки с выделяющимися кристалликами антимонида меди.

1. *I.E. Bolotov, V.Yu. Kolosov.* Phys. Stat. Sol., 1982, 69a, 85-96.
2. *I.E. Bolotov, V.Yu. Kolosov, A.V. Kozhyn.* Phys. Stat. Sol., 1982, 72a, 645-654.
3. *P. Delavignette, R.W. Vook.* Phys. Stat. Sol., 1963, 3, 648-653.

Поддержано Минобрнауки и Прогр. 211 правительства РФ (№ 02.A03.21.0006).

Влияние лазерного облучения на формы островков и структуру тонких плёнок серебра

Н.Б. Леонов, В.А. Полищук

Университет ИТМО, 197101 Санкт-Петербург, Россия

Целью настоящей работы была попытка разобраться в процессах, которые идут в островковой плёнке во время действия на неё наносекундных лазерных импульсов разной энергии и в том, как это отражается на её оптических свойствах. Энергия импульса изменялась от минимальной – соответствующей едва наблюдаемым изменениям – до энергии при которой импульс приводит к существенным изменениям морфологии островков. Так же, было интересно сравнить действие такого импульса на плёнку с действием стационарного прогрева. Оказалось, что подобный способ изменения форм наночастиц обладает преимуществами по сравнению с термическим отжигом и имеет некоторые особенности.

Исследовавшиеся плёнки создавались в вакуумной установке с криогенной безмасляной откачкой PVD 75 (Kurt Lesker) при давлении около 10^{-7} торр. Термически испарённое серебро осаждалось на поверхность подложек из сапфира и плавленого кварца, которые поддерживались при комнатной температуре. Скорость напыления контролировалась кварцевыми микровесами и варьировалась в пределах от 0.1 до 0.3 Å/с. Этими же микровесами измерялась эквивалентная толщина напыляемой плёнки.

Для воздействия на плёнку использовался импульсный Nd:YAG лазер со встроенным параметрическим генератором света. Все измерения были проведены при воздействии одиночных импульсов длительностью 10 нс. Энергия импульса варьировалась от единиц до сотен милиджоулей

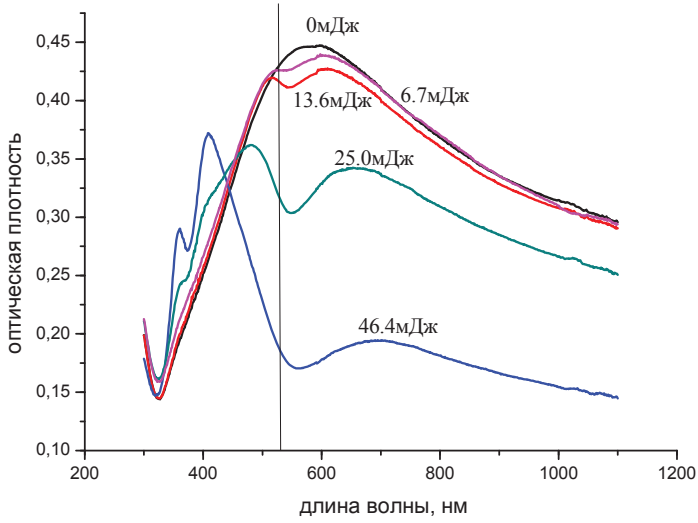
Необлучённые серебряные плёнки и области, облучённые импульсами разных энергий, исследовались с помощью спектрофотометра. Спектры экстинкции, получаемые на этих приборах, дают довольно полную информацию о структуре плёнок и форме составляющих их частиц.

На рисунке показано, как меняется спектр экстинкции серебряной плёнки толщиной 50 Å, напылённой на сапфировую подложку, при облучении одиночным лазерным импульсом с длиной волны 532 нм. нм (вертикальная линия). Энергия импульса в милиджоулях указана над кривыми. Длительность импульса 10 нс.

Данные абсорбционной спектроскопии дополнялись изображением плёнок, полученным с помощью сканирующего электронного микроскопа Merlin (Zeiss).

Показано, как по мере увеличения энергии импульса изменяется форма островков, из которых состоит плёнка, а так же расстояние между остров-

ками. Необлучённая плёнка состоит из островков неправильной формы. После облучения импульсом с энергией 25 мДж форма островков меняется незначительно, однако расстояние между ними заметно увеличивается. И, наконец, после облучения импульсом с энергией 46.4 мДж большинство островков становится почти круглым. Округлая форма островков характерна и для термически отожжённых плёнок



Действие одиночного лазерного импульса длительностью 10 нс на островковую серебряную плёнку имеет резонансный эффект. Поверхностные плазмоны возбуждается в островках неправильной формы, имеющих плазмонные резонансы на частоте лазерного излучения. При малых энергиях импульса это приводит к появлению провала, ширина которого определяется временем жизни плазмона в тех частицах, для которых частота плазмона попадает в резонанс с лазерным излучением

При увеличении энергии ширина провала растёт, взаимодействием захватывается всё большее количество островков, и при достаточно большой энергии действие импульса становится аналогичным действию длительного (в течение десятков минут) прогрева такой плёнки.

Согласно нашим оценкам температура, которой достигают серебряные наночастицы, заметно ниже температуры плавления объемного материала.

Электронномикроскопические исследования поддержаны проектом №2014/190 Министерства образования и науки РФ.

Идентификация ионов Bi и Bi – кластеров в магний-алюмосиликатных стёклах с помощью растровой просвечивающей электронной микроскопии

Ф.О. Милович[1], Л.Д. Исхакова[1], М.Ю. Пресняков[2], С.Е. Сверчков[3], Б.И. Галаган[3], Р.П. Ермаков[1], А.Л. Васильев[2]

1 Научный центр волоконной оптики РАН, г. Москва, Россия
2 НИЦ "Курчатовский институт" г. Москва, Россия
3 Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, г. Москва, Россия

Активированные Bi фотонные материалы перспективны для создания волоконных лазеров, усилителей, суперфлюоресцентных источников, люминофоров и применения в медицине [1]. Материалы с Bi – люминесценцией в ближней ИК-области интенсивно исследуются с момента первого сообщения о люминесценции активированных Bi силикатных стёкол [2] и последующей демонстрации оптических усилителей на 1,3 мкм [3]. Это обусловлено тем, что спектральный диапазон их люминесценции (1100 – 1700 нм) перекрывает спектральную область второго телекоммуникационного окна прозрачности (1300 – 1500 нм) волоконных световодов на основе кварцевого стекла. Особый интерес к ним проявился после создания волоконных лазеров на их основе [4]. Однако, для активированных Bi материалов остаётся нерешённой проблема природы Bi активных центров (ВАЦ). Работ по применению просвечивающей электронной микроскопии ПЭМ) высокого разрешения к исследованию волоконных световодов, усилителей и лазеров сравнительно мало, идентифицировались лишь нанокристаллические включения [5], которые не являются ВАЦ. Эти работы не позволяют также получить данные о состоянии Bi в сетках стекла и сердцевинах волоконных световодов. Новые возможности для визуализации индивидуальных атомов и исследовании их координационного окружения открывает просвечивающая растровая электронная микроскопия (ПРЭМ) с использованием коррекции сферической аберрации и регистрацией темнопольных изображений, полученных от электронов, рассеянных на большие углы (Резерфордовских электронов). Зависимость интенсивности изображения от атомного номера идеально подходит для визуализации тяжелых элементов в матрице более легких элементов.

В качестве объекта исследования были выбраны активированные Bi стёкла из системы $MgO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$, для которых ранее исследовались их спектроскопические характеристики. Методом темнопольного ПРЭМ с регистрацией Резефордовских электронов в ПРЭМ ТИТАН 80-300 с корректором сферической аберрации осветительной системы впервые идентифицированы как индивидуальные ионы Bi, так и Bi-кластеры (рис. 1).

Установлена зависимость в изменении размеров Bi-кластеров с увеличением концентрации Bi в составе стёкол. В соответствии с размерами кластеров в Mg-Al-силикатных стёклах с содержанием Bi порядка 0,25 мол. % наиболее вероятными формами представляются Bi-димеры и Bi-мономеры. Соотношение долей димеров и мономеров изменяется при переходе от окислительных к восстановительным условиям синтеза. С увеличением концентрации Bi количество атомов в Bi-кластерах увеличивается. Наиболее вероятным является вариант образования нейтральных Bi-кластеров.

Работа частично выполнена на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС-технологий НИЦ “Курчатовский институт”.

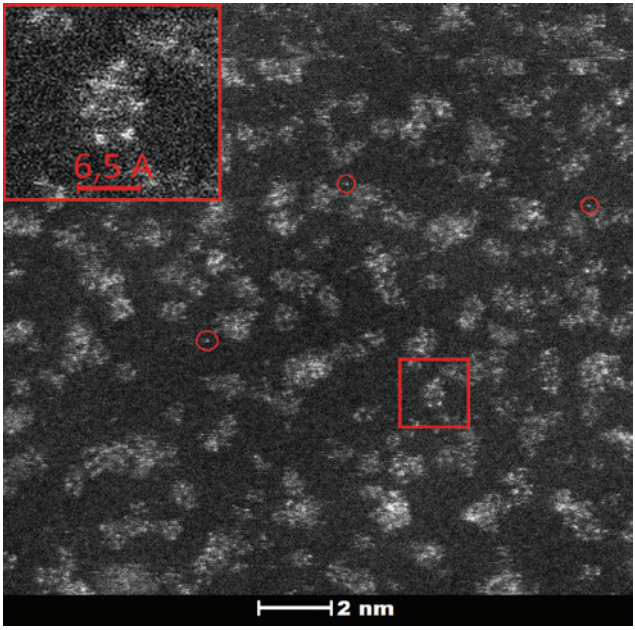


Рис. 1. HAADF изображение стекла состава: MgO-21.36 мол. %, Al_2O_3-21.37 мол. %, SiO_2-55.33 мол. %, Bi_2O_3-2 мол. %

1. *E.M. Dianov.* J. Lightwave Techn, 2013, 31. 681-688.
2. *K. Murata.* Fusion Eng. Des., 1999, 44, 437-439.
3. *Y. Fujimoto and M. Nakatsuka.* Appl. Phys. Lett., 2003, 82, 3325-3326.
4. *Е.М. Диано, и др.* Квантовая Электроника, 2005, 35, 1083.
5. *А. С. Зленко, и др.* Квантовая электроника, 2013, 43, 656-665.

Исследование локализованных в наноструктурах коллективных возбуждений электронов методами низковольтной растровой электронной микроскопии

В.Ю. Михайловский[1], Ю.В. Петров[1], М.В. Сапожников[2], О.Ф. Вывенко[1]

1 Санкт-Петербургский государственный университет, Россия, 199034, г. Санкт-Петербург, Университетская наб. 7/9
2 Институт физики микроструктур РАН, Россия, 603950, г. Нижний Новгород.

Низковольтная растровая электронная микроскопия(НВРЭМ) является весьма востребованным методом в областях биологии, медицины и биотехнологий, а также материаловедении и нанотехнологиях. В силу низких величин ускоряющих напряжений пучка электронов V_a НВРЭМ позволяет минимизировать радиационные повреждения, избегать накопления заряда в непроводящих образцах, а также открывает возможности для использования новых принципов формирования контрастов[1]. Для получения новых контрастов используются методы, связанные с фильтрацией сигнала полной вторичной электронной эмиссии по энергии и углу выхода электронов. В ряде публикаций отмечается возможность изучения химического строения образцов и различных электрофизических характеристик[2].

Рассеяние пучка электронов на коллективных возбуждениях электронного газа в твердых телах вносит сравнительно небольшой вклад в общий сигнал обратнорасеянных электронов. При уменьшении V_a этот вклад возрастает и может проявлять себя в виде дополнительных контрастов. Было продемонстрировано, что при определенных низких значениях энергии первичных электронов значительно усиливается неупругое рассеяние электронов плазмонами, локализованными в металлических наночастицах[3].

В представленной работе изучалось рассеяние электронов с энергиями 100-500 эВ металлическими наноструктурами, изготовленными при помощи ионной литографии. Регистрация ОЭ осуществлялась при помощи внутрилинзового детектора ОЭ с возможностью энергетической фильтрации методом задерживающего потенциала V_r. Ускоряющее напряжение V_a варьировалось в диапазоне от 100 В до 500 В.

На рисунке 1.А представлено изображение структур, полученных травлением сфокусированным пучком ионов галлия пленки золота толщиной 80 нм на германиевой подложке. Структуры представляют собой ячеистую металлическую сетку. Размеры крупных ячеек составляют 100-250 нм, размеры мелких - 8-20 нм, толщина стенок составляет величину 5-20 нм.

При V_a = 350 - 450 В и V_r = 90% - 99% V_a сигнал ОЭ от областей, находящихся внутри металлических ячеек превосходит сигнал ОЭ от подложки

и металлической пленки(см рисунок 1.Б), в то время как сигнал ВЭ не имеет такой особенности.

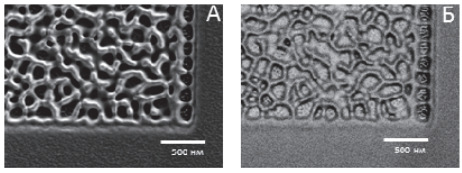


Рис. 1. Изображения НВРЭМ ячеистой структуры, V_a=400 В. А) детектор ВЭ, Б) детектор ОЭ, V_r=399 В.

Это усиление сигнала ОЭ может быть объяснено возникновением локализованных в металлических ячейках плазмонов и согласуется с полученными ранее результатами[4].

На рисунке 2А представлено схематическое изображение магнитных наноструктур, полученных методом гелиевой ионной литографии. Многослойная металлическая пленка CoPt, толщиной 5нм была проэкспонирована пучком ионов гелия с дозой $3*10^{15}$ см$^{-2}$. При указанной дозе не происходит значительного распыления материала, однако металлическая пленка частично аморфизуется.

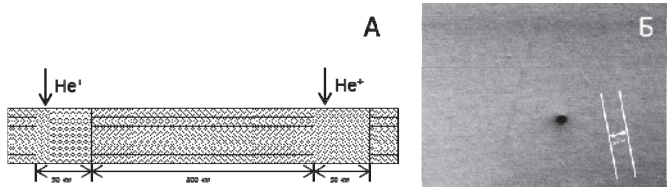


Рис. 1. А) Схематическое изображение магнитных наноструктур Б) НВРЭМ изображение магнитных наноструктур, детектор ОЭ, V_a=100 В.

После облучения ионами гелия образцы были помещены в постоянное магнитное поле B = 0,3 Тл, что привело к возникновению упорядоченных магнитных структур[5]. На рисунке 2Б представлено ОЭ изображение проэкспонированного пленки после помещения его в магнитное поле. Изображение структуры с периодом 200 нм соответствует периоду сформированной структуры, и не наблюдалось до помещения образцов в магнитное поле.

Экспериментальные результаты получены в МРЦ «Нанотехнологии», Научный Парк СПбГУ. Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 15-02-03046 А.

1. *Cazaux, J., Kuwano, N., Sato, K.* Ultramicroscopy, *v. 135, pp 43-49, (2013).*
2. *Jaksch H.* Book of tutorials and abstracts EMAS 2011, *p.255-259, (2011).*
3. *Chung Kai Xu, et al.* NATURE PHYSICS, v. 10, 753-757, (2014).
4. *V.Mikhailovskii, Yu. Petrov. O.Vyvenko.*//MC 2015 Proceedings, pp.612-613, 2015.
5. *M. V. Sapozhnikov and O. L. Ermolaeva,* Phys. Rev. B 91, 024418-1 - 6, 2015

3-D анализ наноструктурированных материалов методами FIB - томографии и обработки изображений

Е.Б. Модин[1], В.С. Плотников[1], С. Хэмон[2], М.-Н. Санс-Ортис[2], Э. Хилл[2].

1 Дальневосточный федеральный университет, 69000, г. Владивосток, Суханова, 8, Россия
2 Bionanoplasmonics Laboratory, CIC biomaGUNE, Paseo de Miramón 182, 20009 Donostia – San Sebastian, Spain.

Методом растровой электронной микроскопии и фокусированного ионного пучка (SEM/FIB) была исследована внутренняя организация структуры «суперкристаллов», образованных самоорганизацией золотых наностержней [1]. Для получения трехмерных реконструкций применялась техника FEI AutoSlice&View™. Количество срезов в среднем составляло 250, при наименьшей толщине среза 5 нанометров, что обеспечивало достаточную точность реконструкции. Золотые наностержни были получены с размерами 57±5 нм в длину и 17±2 нм в ширину. Для обработки серий FIB-срезов использовалось программное обеспечение FEI Avizo 8.1. Для фильтрации исходных данных применялись морфологические операции - открытие, эрозия, наращение, сепарация наночастиц выполнялась алгоритмом водораздела. Далее весь объем сканировался «скользящим окном» размером 16x16x16 пикселей и в каждом случае вычислялось трехмерное преобразование Фурье для определения преобладающей ориентации частиц в единице объема.

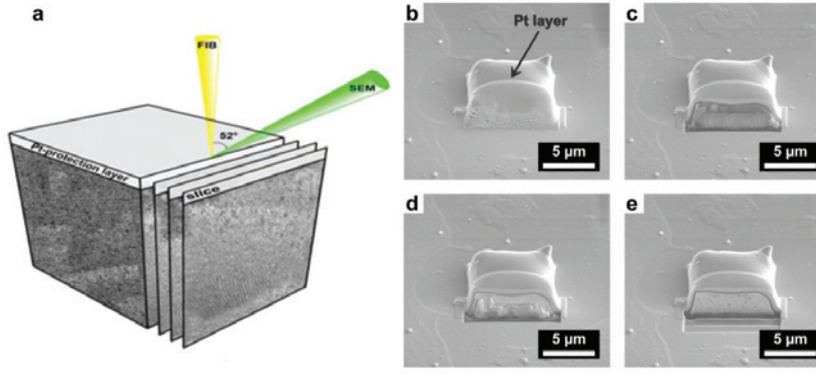


Рис. 1. a) иллюстрация метода FIB – томографии, b-e) подготовка поперечного среза суперкристалла из самоорганизующихся золотых наностержней методом FIB.

В результате обработки трехмерных данных, было установлено, что при определенных параметрах синтеза «суперкристаллов» формируется иерархическая организация наностержней, характеризующаяся гексагональной упаковкой и статистически постоянной преобладающей ориентацией наностержней в объемах более 2 мкм^3 [2].

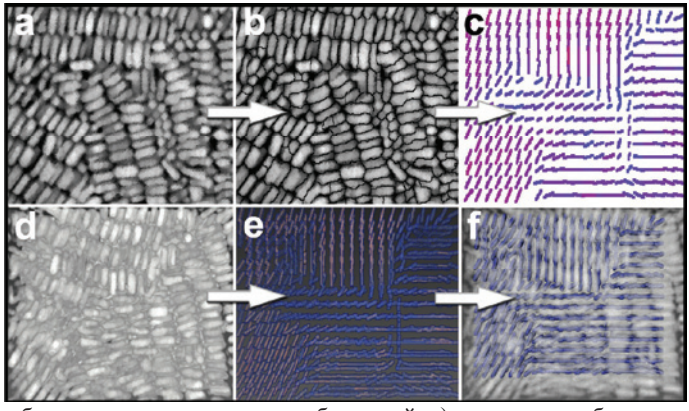


Рис. 2. Обработка трехмерного стека изображений: a) исходное изображение структуры, b) сегментация отдельных частиц с помощью алгоритма водораздела в 3-D, c) построение карты ориентаций частиц, d) рендеринг отфильтрованного стека, e) карта ориентаций в 3-D, f) наложение рисунков«d-e»

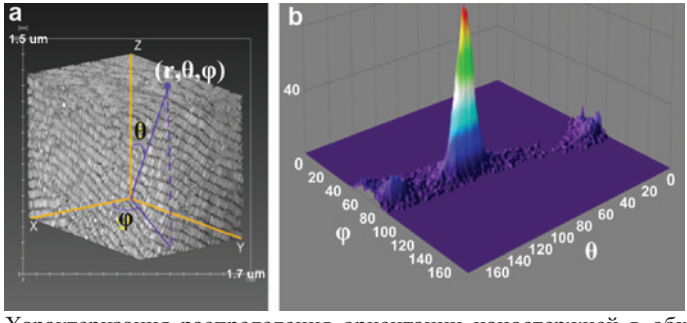


Рис. 3. a) Характеризация распределения ориентации наностержней в обхеме: a) визуализация трехмерной структуры, b) Диаграмма преобладающей ориентации наностержней

1. Hamon, C.; Liz-Marzán, L. M. Hierarchical Assembly of Plasmonic Nanoparticles. Chem. Eur. J. (2015), 21, 9956-9963.

2. Hamon, C,. Sanz-Ortiz, Marta N, Modin, E. et al. Hierarchical Organization and Molecular Diffusion in Gold Nanorod/Silica Supercrystal Nanocomposites. RSC Nanoscale (March, 2016) In Press.

Электронная и зондовая микроскопия наноструктур «анодированный алюминий на сапфире»

А.Э. Муслимов[1], А.В. Буташин[1], А.Б. Колымагин[1], С.Н. Сульянов[1], В.М. Каневский[1], Р.Г. Валеев[2]

[1] *Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Ленинский проспект, 59.*
[2] *Физико-технический институт УрО РАН, Удмуртская респ., г. Ижевск, ул. Кирова, 132*

В последнее время при эпитаксии пленок GaN на сапфире используют подложки с микро- и субмикроструктурированной поверхностью (регулярные системы полос, бугорков, ямок и т.п.) с целью уменьшения плотности дислокаций в эпитаксиальных пленках GaN, возникающих за счет значительного рассогласования параметров ячеек пленки и подложки [1-3], причем во всех случаях применяются достаточно сложные методы литографии.

В данной работе разрабатывается способ получения сапфировых подложек с наноструктурированной поверхностью путем анодного окисления алюминиевой пленки на подложке с последующим отжигом на воздухе. На сапфировую подложку ориентации (0001) нанесена пленка металлического алюминия методом вакуумного распыления, после чего этот композит подвергают стандартной процедуре анодного окисления [4]. В результате, на поверхности подложки образовалась пленка из оксида алюминия толщиной в сотни нм, рельеф которой характеризуется наличием цилиндрических сквозных отверстий диаметром около 50 нм с плотностью около 50 отверстий на кв. мкм (рис. 1). Отжигом на воздухе получена ориентированная сапфировая пленка с наноструктурированной поверхностью (рис. 2), которая может представлять интерес в качестве подложки для получения гетероэпитаксиальных пленок AlN и GaN.

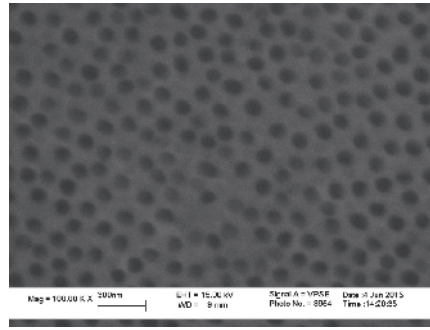


Рис. 1. РЭМ-изображение пленки из оксида алюминия на (0001) сапфировой подложке после анодного окисления

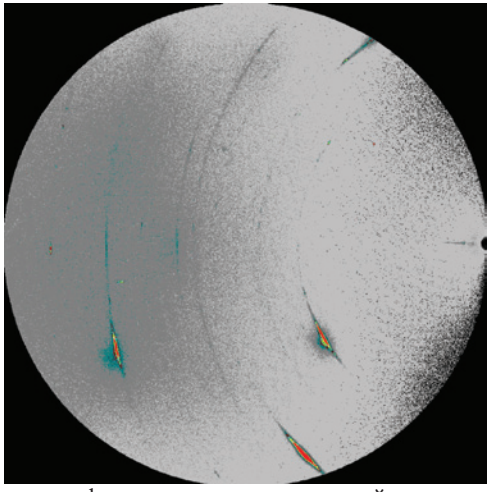


Рис. 2. Рентгеновская дифрактограмма в скользящей геометрии (синхротронное излучение, λ=0.9636Å) от пленки из оксида алюминия на (0001) сапфировой подложке после анодного окисления и последующего отжига на воздухе при 1400°С.

В докладе обсуждается влияние условий анодного окисления и отжига композита на морфологию наноструктурированной пленки и ее кристаллическое строение. Полагаем, что предлагаемый подход для получения наноструктурированной поверхности позволит отказаться от литографии: в данном случае образование наноструктуры происходит за счет процессов самоорганизации атомов нанесенной на поверхность подложки металлической пленки алюминия при различных воздействиях (анодное окисление, диффузия и рост зерен при отжиге). Конечно, применимость и преимущества полученных таким образом сапфировых подложек предполагается проверить в дальнейшем на практике в процессе гетероэпитаксии полупроводниковых пленок.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН “Структурная диагностика материалов” при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005), Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 “Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий”, Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 15-02-01197 а)

1. J. Crystal Growth. 2010. V. 312. P.1311–1315
2. J. Appl. Phys. 2010. V. 107. P. 063501
3. J. Micromech. Microeng. 2011. V. 21. P. 015001
4. *Poinern, G.* Progress in Nano-Engineered Anodic Aluminum Oxide Membrane Development // Materials. 2011. V. 4. P.487

Электронная и зондовая микроскопия эпитаксиальных пленок CdTe на поверхности сапфира

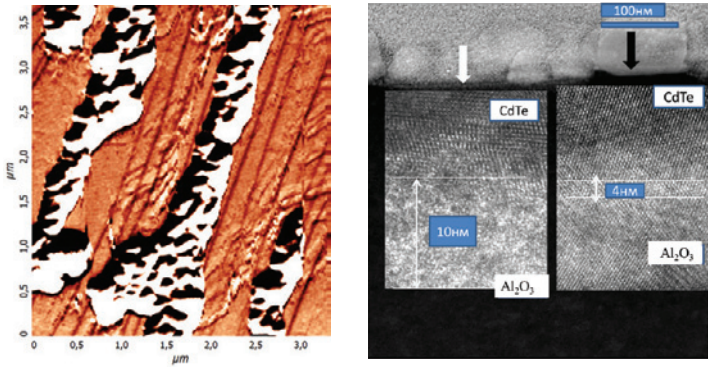
А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, В.П.Власов, Ю.В.Григорьев, В.М. Каневский

Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

Теллурид кадмия с научной и технологической точек зрения является одним из наиболее привлекательных полупроводниковых материалов, нашедшим применение в солнечной энергетике, оптоэлектронике в качестве детектора в широком диапазоне излучения, для получения квантовых точек и др. Получение объемных кристаллов теллурида кадмия представляет весьма сложную задачу вследствие высокой температуры плавления, высокого давления паров компонентов и наличия фазовых переходов [1]. Поэтому, перспективным направлением считается получение эпитаксиальных пленков CdTe на, сравнительно недорогих, подложках (0001) сапфира. Несоответствие решеток плоскости (0001) сапфира и плоскости (111) CdTe составляет 3,7%, что вполне допускает эпитаксиальный рост. Однако химическое взаимодействие подложка – осадок усложняет эпитаксию, поскольку подложка и пленка являются полярными кристаллами. В нашей работе исследовалось влияние террасно-ступенчатого рельефа подложек сапфира и буферных слоев титана на эпитаксию пленок CdTe получаемых термическим испарением.

В результате исследований было обнаружено, что при нормальном падении потока пара теллурида кадмия на подложку (0001) сапфира, нагретую до температуры 300°C, всегда росли поликристаллические пленки независимо от высоты ступеней структурированной поверхности подложки. При наклонном падении потока пара под углом 22° к нормали подложки получались или поликристаллические или слабо текстурированные пленки. Кардинальные изменения в структуре и морфологии осадка CdTe имеют место в случае наклонного напыления под углом 44° к структурированной поверхности подложки, когда высота ступеней составляла не менее 1 нм. На рис. **Рис. 1а** приведено изображение начальных стадий роста пленки CdTe до образования сплошного слоя, полученное методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). При наклонном падении потока пара CdTe под углом 44° к нормали поверхности подложки и по направлению к ступеням высотой 1 – 1.5 нм к общему стохастическому движению добавляется составляющая диффузионного потока по направлению ступеней. Молекулы и атомы, сталкивающиеся со ступенью с внутренней стороны, присоединяются к ступени, поскольку адсорбционные места на нижней террасе у ступени характеризуются большим количеством ближайших соседей по сравнению с молекулой и атомом на гладкой поверхности подложки. При-

шедшие к краю ступени с верхней стороны молекулы и атомы сталкиваются с дополнительным барьером ΔE_{ES} , известным как барьер Швобеля-Эрлиха, который может быть больше диффузионного барьера $\Delta E_{диф}$.



а) *б)*

Рис. 1. АСМ-изображение зародышей пленки CdTe на подложке лейкосапфира с нанорельефом (а); ВРЭМ-изображение поперечных срезов пленки CdTe на подложке сапфира с буферным слоем титана (темная стрелка) и без буферного слоя (светлая стрелка) (б).

Также было показано, что предварительное нанесение тонких слоев титана (толщина ~1÷2 нм) и отжиг при 1400°C на воздухе способствует **Рис. 1б** эпитаксиальному зарождению пленок CdTe. Можно предположить, что образование твердого раствора титана в Al_2O_3 существенно меняет химические свойства поверхности подложки и приводит к лучшей адгезии зародышей CdTe и подложки.

Таким образом, было установлено, что оптимальными условиями для роста монокристаллической пленки теллурида кадмия на структурированной поверхности (0001) лейкосапфира являются: 1. Температура подложки 300°C; 2. Высота ступеней > 1 нм; 3. Угол направления потока пара ~44°. Также показано, что предварительное нанесение слоев титана и отжиг при 1400^0 C способствует эпитаксиальному зарождению CdTe на сапфире.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН “Структурная диагностика материалов” при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005), Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 “Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий”

1. *Yu.M.Ivanov, A.N.Polyakov, V.M.Kanevsky, E.M.Pashaev, Zs.J.Horvath. //*Phys. Stat. Solidy (C), 2003.№ 3.P. 889.

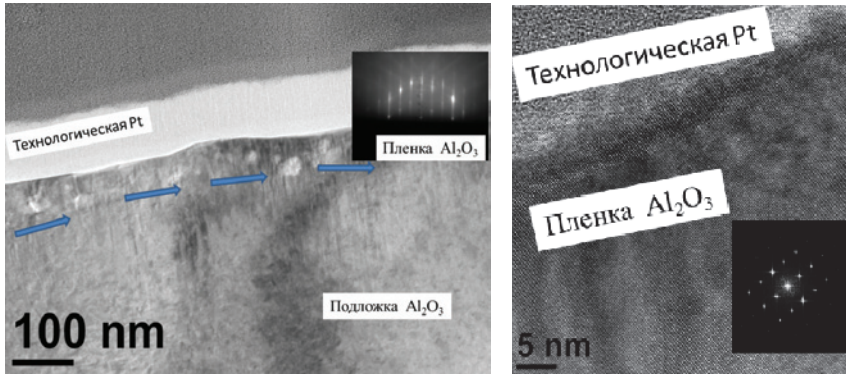
Электронная и зондовая микроскопия кристаллических слоев на поверхности сапфира после термообработки металлических пленок на ней в различной атмосфере

А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, Ю.В. Григорьев, А.Л. Васильев, А.Б. Колымагин, В.М. Каневский

Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

Наряду с литографией одним из способов формирования на сверхгладкой поверхности кристаллов сапфира микро- или нано- рельефа требуемой конфигурации является напыление металлического алюминия через трафареты с последующим окислением [1]. Для определения строения таких пленок выполнено их комплексное исследование методами электронной и зондовой микроскопии, рентгеновской и электронной дифракции. Толщина пленок составляла ~100 нм, отжиг проводили на воздухе или в нейтральной атмосфере при температуре 1200÷1400°С.

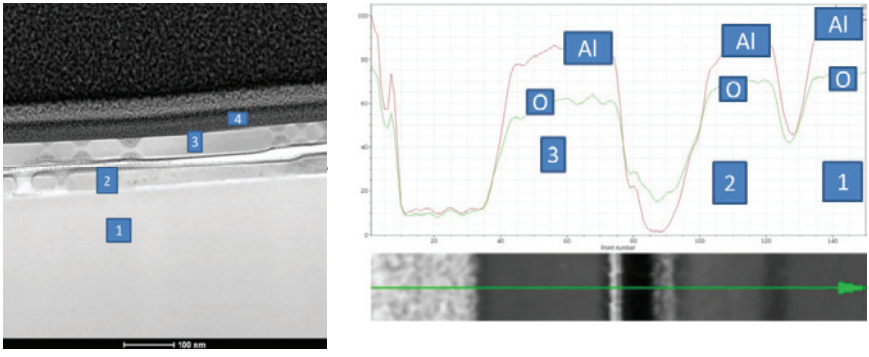
Отжиг на воздухе приводит к окислению металла и кристаллизации в виде корунда Al_2O_3, однако при сравнительно быстром нагреве образцов (~300°С/час) в пленке (**рис. 1**) образуются крупные каверны. Это может быть обусловлено отставанием процесса окисления алюминия от процессов плавления и испарения металла в пространстве между сапфировой подложкой и прочной оксидной пленкой на поверхности металла.



а б

Рис.1. ПЭМ (а) и ВРЭМ (б) изображения сапфира с алюминиевой пленкой после отжига на воздухе и соответствующие им электронограмма от поверхности пленки на отражение и двумерный спектр Фурье.

При отжиге в нейтральной атмосфере (азот) процессы преобразования металлической пленки в оксидную усложняются: над поверхностью сапфировой подложки (слой 1) выделяются уже два различных слоя (**рис. 2**). Судя по составу и спектрам Фурье, слой 2 имеет структуру корунда и сильно разориентирован относительно (0001) подложки, а слой 3 может быть образован одним из низших окислов алюминия AlO или Al_2O [2]. По данным рентгеновской и электронной дифракции на отражение, образовавшиеся на поверхности сапфировой (0001) подложки слои сильно текстурированные.



а б

Рис. 2. ПЭМ-изображение многослойной структуры поперечного среза сапфировой (0001) подложки с алюминиевой пленкой после отжига в азоте (а): слой 1 – корунд, слои 2 и 3 – оксиды алюминия, слой 4 – технологическая платина. График концентрации алюминия и кислорода в зависимости от слоя (б).

Такое значительное различие в строении и составе слоев на поверхности сапфировых подложек может быть обусловлено различием протекания процессов окисления металла исходной пленки: кислородом воздуха через оксидную пленку на поверхности металла в первом случае, или за счет диффузии кислорода из объема сапфировой подложки – во втором случае.

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” и Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 15-02-01197 а).

Литература

1. *А.В. Буташин, В.М. Каневский, А.Э. Муслимов и др.* // Кристаллография. 2014. Т.59. С. 802.
2. *M. Hoch, H.L. Johnston* // J. Amer. Chem. Soc. 1954. V.76. P. 2560.

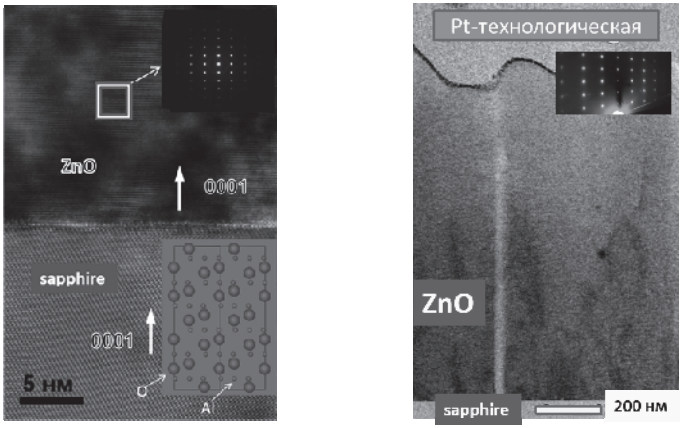
Микроскопическое исследование реальной структуры эпитаксиальных пленок ZnO на сапфировых (0001) подложках с буферными нанослоями золота

А.Э. Муслимов[1], А.В. Буташин[1], А.Б. Колымагин[1], А.Л. Васильев[1], В.М. Каневский[1], А.Б.Исмаилов[2]

1 Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия
2 Дагестанский государственный университет, г. Махачкала, Россия

Кристаллические пленки широкозонного полупроводника ZnO представляют значительный интерес как материал для пьезотехники, оптоэлектроники и фотоники. Наиболее популярной подложкой для выращивания пленок оксида цинка является сапфир (Al_2O_3) различной ориентации, что связано с его высокой степенью кристаллического совершенства, высокой химической и термической стойкостью, а также его доступностью. В то же время использование наиболее востребованной подложки сапфира с ориентацией (0001) сопряжено с некоторыми трудностями. Во-первых, это различие в параметрах элементарных ячеек ~18 % [1], что приводит к высокой плотности дислокаций в пленке. Во-вторых, рост пленки ZnO на плоскости (0001) Al_2O_3 приводит к образованию доменной структуры [2], когда отдельные домены-кристаллиты ZnO развернуты вокруг оси [0001] на угол 30^0. Известно, что в большинстве случаев для роста одноосных наноструктур ZnO применяются в качестве катализаторов островки золота [3]. В нашей работе для получения совершенных пленок ZnO использовались сверхтонкие буферные слои золота, что позволяло предотвратить стадию формирования крупных островков. Методом магнетронного распыления были получены образцы пленок ZnO толщиной порядка 1 мкм при температуре 650^0C. Структуру и ориентацию пленок исследовали методом дифракции электронов высокой энергии в геометрии на отражение (электронограф ЭМР 100, U = 75 кВ). Детально микроструктуру и химический состав слоев ZnO на поверхности сапфировых подложек изучали методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВР ПЭМ).

Результаты исследований показывают, что пленка ZnO является эпитаксиальной и имеет гексагональную структуру типа вюрцита. Затемнение в области границы раздела пленка/подложка **Рис. 1.** обусловлено дислокациями несоответствия, с высокой плотностью локализованными в слое ZnO толщиной не более 500 нм. Следует отметить, что дислокации, по-видимому, имеют форму петель, поскольку по мере удаления от границы раздела их плотность существенно уменьшается, что может быть обусловлено наличием буферного слоя.



а) *б)*

Рис. 1. ПРЭМ изображение (а) и светлопольное ВР ПЭМ изображение (б) поперечного среза пленки ZnO на сапфире. На вставке (а): типичная картина дифракции быстрых электронов с поверхности пленки. На вставке (б): снизу модель структуры лейкосапфира, сверху типичная картина дифракции электронов с участка (квадрат указывает размер и положение) среза пленки ZnO.

Также можно сделать вывод, что подслой золота на подложке сапфира (0001) способствует ориентированному росту ZnO на сапфире. Влияние золота на эпитаксию ZnO можно объяснить химическим взаимодействием между металлическим цинком, который, по всей видимости, присутствует в облаке магнетронной плазмы в ростовой камере, и Au на начальных стадиях осаждения ZnO при заданной температуре кристаллизации. При этом образуется переходный слой между подложкой Al_2O_3 и ZnO, толщиной менее 0.5 нм, который не удается визуализировать методами ВРЭМ. Как следует из работы [4], такой переходной слой может представлять собой соединение $Au_{1,2}Zn_{8,8}$, которое также кристаллизуется в гексагональной форме вюрцита.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН “Структурная диагностика материалов” при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005), Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 “Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий”, Российского фонда фундаментальных исследований (грант 16-02-00227).

1. *J. G. Kim, S. M. Yang et al*. //Thin Solid Films. 2010. V. 519. №1. P. 223.
2. *Trautnitz T., Sorgenfrei R.* // J. Cryst. Growth. 2010. V. 312. P. 624.
3. *Yang P., Yan H., Mao S. et al*. Controlled Growth of ZnO Nanowires and Their Optical Properties // Adv. Funct. Mater. 2002. V. 12. № 5. P.331.
4. *Borisov D.* // Phys.Chem.Chem.Phys.2010. V.9. P.10.

Исследование структуры пленок высшего силицида марганца на кремнии методами электронной микроскопии

А.С. Орехов[1,2], Т.С. Камилов[3], В.В. Клечковская[1]

1. ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Ленинский пр. 59, Москва, 119333, Россия
2. НИЦ «Курчатовский институт», пл. Курчатова 1, Москва, 123182, Россия
3. Ташкентский государственный технический университет, ул. Университетская 2, Ташкент, 100095, Узбекистан

В настоящее время большое внимание уделяется проблеме сбережения энергоресурсов, поэтому интерес к материалам, обладающим термоэлектрическими свойствами, непрерывно возрастает. Среди таких материалов высший силицид марганца (ВСМ) относится к наиболее перспективным, поскольку имеет хорошие термоэлектрические свойства в среднетемпературной (300-1000К) области при невысокой себестоимости изготовления пленочных структур. Пленки ВСМ важны для практических приложений, показана возможность создания пленочных термобатарей и других термоэлементов на основе ВСМ [1]. Такие пленки уже находят применение в современной микро- и наноэлектронике, оптоэлектронике, микросенсорике и других сферах [2,3], они также весьма перспективны для спинтроники [4].

В работе исследован процесс диффузионного легирования подложки кремния парами марганца при температуре 1040°С. Методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии, электронной дифракции и рентгеновской энерго-дисперсионной спектрометрии исследованы разные этапы формирования пленки - от зарождения островков до сплошной пленки, что позволило предложить модель образования островков ВСМ на поверхности кремния. Показано, что пленка ВСМ имеет зеренную текстурированную. Установлены ориентационные соотношения пленка ВСМ/подложка. Методами высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии исследована граница раздела пленка/подложка и показано отсутствие переходного слоя (**рис. 1**).

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке стипендии Президента РФ (СП-1404.2016.1) на оборудовании ЦКП ИК РАН.

1. *Т.С.Камилов, В.В.Клечковская, Б.З.Шарипов, И.В.Эрнст, В.К.Зайцев* Электрические и фотоэлектрические свойства гетерофазных структур на основе кремния и силицидов марганца. – Ташкент. «MERIYUS». – 2014.180 стр
2. *S.L. Zhang, M. Ostling*. Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. 28, 1 (2003).
3. *A.L. Schmitt, J.M. Higgins, J.R. Szczech, S. Jin*. J. Mater. Chem. 20, 223 (2010).
4. *C.A. Nolph, E. Vescovo, P. Reinke*. Appl. Surf. Sci. 255, 7642 (2009)

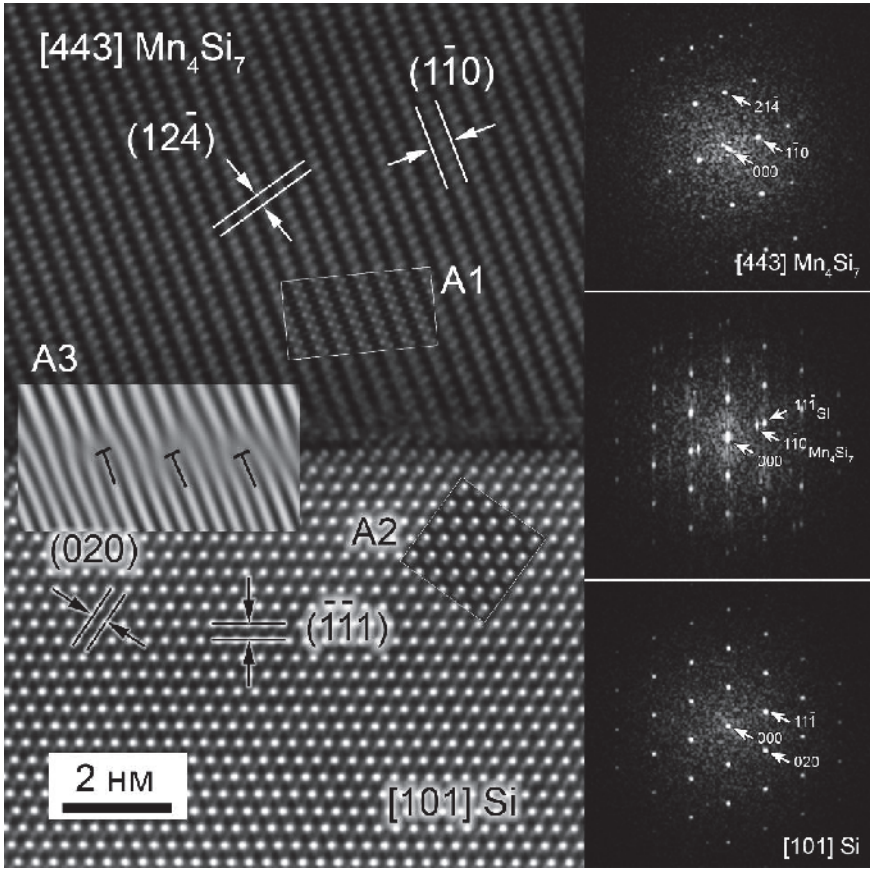


Рис. 1. Высокоразрешающее просвечивающее электронно-микроскопическое изображение границы раздела пленки ВСМ и Si-подложки. Дифрактограммы, полученные Фурье-преобразованием от выделенных областей ВРЭМ-изображения – пленки ВСМ, границы раздела и кремниевой подложки. Вставки А1 и А2 моделированные ВРЭМ-изображения для фазы ВСМ [443]Mn_4Si_7 и подложки [101]Si. Вставка А3 - фильтрованное ВРЭМ-изображение по рефлексам (11-1)Si и (1-10)Mn_4Si_7, выявляющее сетку дислокаций несоответствия на границе раздела.

Электронно-микроскопическое исследование структуры облученных образцов титанового сплава

А.С. Орехов[1,2], А.А. Никитин[3], С.В. Рогожкин[3], А.Л. Васильев[1,2]

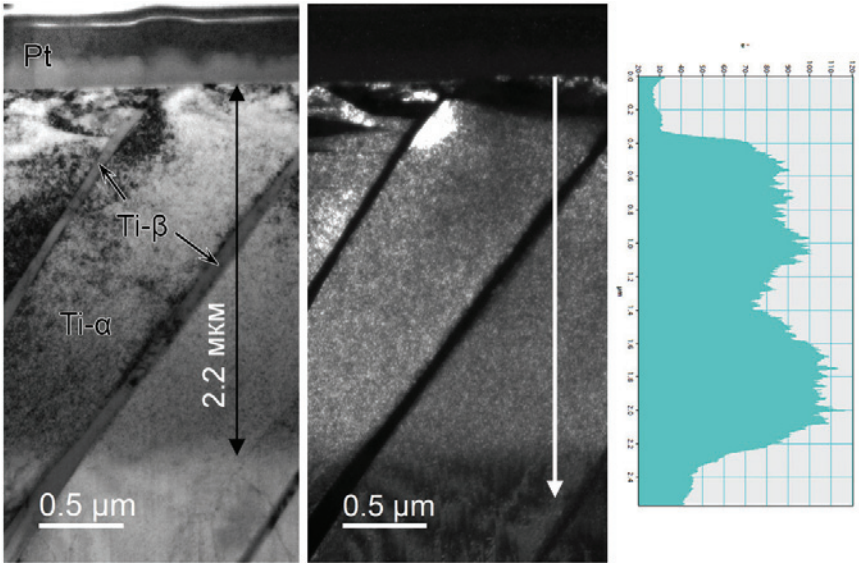
1. ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Ленинский пр. 59, Москва, 119333
2. НИЦ «Курчатовский институт», пл. Курчатова 1, Москва, 123182
3. ФГБУ «Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики» НИЦ «Курчатовский институт», ул. Большая Черемушкинская 25, Москва, 117218,

Высокая удельная прочность в сочетании с абсолютной коррозионной стойкостью и немагнитностью титановых сплавов, в том числе при повышенных температурах определяет их широкое использование в авиационной и космической технике, в судостроении, а также инженерных геологических сооружениях, используемых для освоения месторождений углеводородов. Большие перспективы применения титановых сплавов, как высоконадежных конструкционных материалов, открываются в изготовлении компонентов корпусов ядерных реакторов водо-водяного типа для маломощных (до 10 МВт). Не прекращается поиск новых титановых сплавов, которые должны обеспечивать необходимые конструкционные и химические свойства.

В работе исследован титановый сплав Ti-Al-Mo-Zr в исходном состоянии и после облучения ионами Ti^{2+} с энергией 4.8 МэВ до флюенса 1×10^{15} ион/см^2 при температуре мишени 260 °С. Облучение образцов проводилось на ускорителе ТИПр-1. Определение химического и фазового состава на наноуровне проводилось методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), электронной дифракции, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения на микроскопах Titan FEG 80-300 (FEI, США) при ускоряющем напряжении 300 кВ и Osiris (FEI, США) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы приготовлены с помощью фокусированного ионного источника в двухлучевом электронно-ионном микроскопе Helios (FEI, США).

Показано, что в исходном состоянии титанового сплава присутствуют две фазы: α-фаза, имеющая гексагональную упаковку и β-фаза, имеющая ОЦК структуру. Элементный анализ показал значительное (до 17 масс. %) обогащение β-фазы молибденом. Исследования микроструктуры сплава после облучения ионами титана при температуре 260 °С обнаружили в облученной области образца высокую концентрацию дислокационных петель, пропорциональную дозе радиационных повреждений (**рис. 1**).

Работа выполнена в рамках федеральной целевой программы Российской Федерации «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» субсидии №14.625.21.007 от 20.10.2014 г.



а) б) в)

Рис. 1. (а) - Светлопольное и (б) - темнопольное ПЭМ изображения приповерхностной области облученного образца титанового сплава и (в) - профиль интенсивности облученной области, выявляющий высокую концентрацию дислокационных петель.

Особенности нанокристаллизации аморфного сплава $Al_{90}Y_{10}$ при деформации и термообработке

Е.А. Першина[1], Г.Е. Абросимова[1], Д.В. Матвеев[1], А.С. Аронин[1]

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

Сплавы на основе Al крайне интересны благодаря своим физическим свойствам и широко используются как высокопрочные и легкие материалы. Среди таких материалов особенное место занимают аморфные сплавы на основе Al с добавлением 8-20% редкоземельных и переходных элементов. Благодаря превосходной коррозионной стойкости и высоким прочностным характеристикам при сравнительно малом удельном весе эти материалы в настоящее время занимают одно из ведущих мест в ряду новых перспективных материалов. В более ранних работах было показано, что уровень прочностных характеристик этих материалов можно значительно повысить, создав в них аморфно-кристаллическую композитную структуру, состоящую, главным образом, из нанокристаллов Al и окружающей их аморфной матрицы. Механические свойства таких композитных материалов (предел текучести, упругие модули, пластичность и т.д.) зависят от характеристик обеих структурных составляющих – как нанокристаллов, так и аморфной фазы. Основой интерес исследователей вызывают такие методы получения указанной структуры как контролируемая кристаллизация аморфной фазы при нагреве или изотермической выдержке и нанокристаллизация аморфного сплава под воздействием пластической деформации (ИПД). Причем, доля нанофазы в этих материалах напрямую зависит от вида, условий и длительности обработки. Поскольку механические свойства материала являются структурно-чувствительными, то становится очевидным, что для получения материалов с требуемым уровнем свойств необходимо знание механизмов формирования нанокристаллической структуры и их корреляция с соответствующими свойствами в сплавах различного химического состава. Следует отметить, что, несмотря на важную роль, до настоящего времени остаются практически не изученными закономерности процессов, происходящих на второй стадии кристаллизации аморфных сплавов на основе Al.

В данной работе исследовался двойной аморфный сплав на основе Al состава $Al_{90}Y_{10}$ после ИПД кручением под высоким давлением при различных степенях деформации и после нагрева до температур 1ой и 2ой стадий кристаллизации. Основной целью работы было изучить структуру и фазовый состав выбранного аморфного материала при нагреве и/или деформации, необходимые для последующего определения механизмов формирования наноструктуры в данном сплаве. Для изучения структуры и фазового

состава материала после исследуемых обработок применялись методы дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгеноструктурного анализа, просвечивающей и высокоразрешающей электронной микроскопии.

Было показано, что в результате ИПД и термообработки в данном сплаве происходит его частичная кристаллизация. В обоих случаях формируются нанокристаллы алюминия. Средний размер кристаллов после ИПД составляет 9 нм и не меняется с увеличением степени деформации, после нагрева - 15 нм. Кроме того, ИПД при больших степенях деформации и нагрев до температур 2ой стадии кристаллизации приводит к тому, что в сплаве $Al_{90}Y_{10}$, помимо фазы Al, также образуется небольшое количество интерметаллидной фазы. Согласно фазовой диаграмме сплавов системы Al-Y ближайший к Al интерметаллид - это Al_3Y. Однако, по данным рентгеноструктурного анализа она не наблюдалась в наших экспериментах в достаточном количестве. Вместе с тем, параметры наблюдаемой фазы соответствуют промежуточной фазе состава Al_4Y, имеющей тетрагональную решётку типа Al_4Ba (структурный тип I_4/mmm). Также установлены параметры образующейся фазы: в образцах после деформации (a = 4,178 Å, c = 9,670 Å) и после нагрева (a = 4,197 Å, c = 9,687 Å). Показано, что образующийся метастабильный интерметаллид Al_4Y при последующем нагреве до температуры 673 К (третья стадия превращения сплава $Al_{90}Y_{10}$) распадается с образованием высокотемпературной модификации фазы β-Al_3Y.

Работа выполнена частично в рамках проектов РФФИ (14-42-03566, 16-03-00505, 16-32-00786).

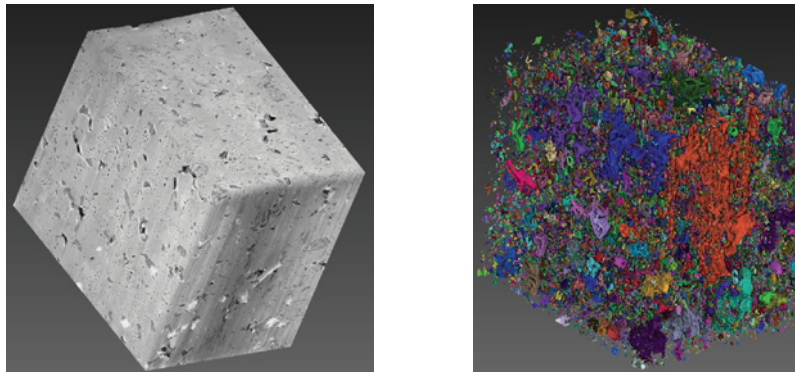
Метод оценки статистических характеристик пространственной структуры материалов, полученных методом FIB-томографии

К.А. Петров[1], Т.С. Кириллова[1], Е.Б. Модин[1], Е.В. Пустовалов[1], Е.К. Папынов[1,2], О.О. Шичалин[2]

1 Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Суханова 8, 690950
2 Институт химии ДВО РАН, Владивосток, Россия

Трехмерные модели образцов часто имеют сильно неоднородную структуру с большим количеством пор, зерен и других объектов. Распределение этих объектов может иметь неравномерный характер, а сами объекты обладать высокой степенью анизотропии. Оценка параметров таких объектов и законов их распределения в образце является актуальной задачей, т. к. их характеристики могут оказывать прямое влияние на макроскопические физические свойства материала.

В работе предлагается метод количественной оценки статистических характеристик структуры на основе ее трехмерного изображения. Для апробации метода использовался образец гематита (минерал жезела Fe2O3), полученный методом плазменного спекания на установке SPS-515S фирмы «Dr. Sinter Lab» (Япония). Визуальная модель образца представлена на рисунке 1-а.



а) *б)*

Рис. 1. а) трехмерное изображение образца Fe2O3; б) выделение связных компонент на бинаризованном изображении образца Fe2O3.

Метод включает в себя следующие этапы. В первую очередь производится нормировка интенсивностей вокселей трехмерной модели и эквализация гистограммы интенсивностей, после чего выполняется процедура бинаризации с использованием адаптивного порога. Далее производится маркировка связных компонент на бинарном изображении (рис. 1-б) и расчет необходимых свойств каждой компоненты.

С использованием описанной процедуры в данной работе были рассчитаны объемы пор в исследуемом образце. Для оценки закона распределения вероятностей (ЗРВ) измеренных объемов использовалась процедура, описанная в работе [1]. Было показано, что ЗРВ наилучшим образом аппроксимируется распределением Парето (1) с параметрами $x_0 = 1.6261 \times 10^4$, $a = 10^4$.

$$f(x) = \begin{cases} \dfrac{a}{x_0}\left(\dfrac{x_0}{x}\right)^{a+1}, & x > x \\ 0, & x \le x_0 \end{cases} \qquad (1)$$

Здесь параметр x_0 означает минимальный объем поры в *нм*^{3}.

1. *Е. Л. Кулешов.* Интервальная оценка функции распределения вероятностей. Автометрия, 2015. Т. 51, №2, с. 23-26

2. FEI Avizo® 3D User's Guide, 2015. Электронный ресурс. Режим доступа: http://www.fei.com/software/avizo-3d-user-guide.pdf

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

Применение просвечивающей электронной микроскопии для идентификации неагломерированных наноалмазных частиц в медных композиционных материалах

В.А. Попов[1], Е.В. Вершинина[2]

1 Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 Москва, Ленинский пр., 4, Российская Федерация
2 Московский технологический университет

Идентификация неагломериванных наноалмазных частиц в металлической матрице чрезвычайно затруднена, так как размер первичной наночастицы равен 4-6 нм [1-3]. Исследованию подвергли композиционный материал с медной матрицей и 25%об наноалмазных упрочняющих частиц, полученный с применением механического легирования. Часть материала была исследована в виде гранул, часть гранул была скомпактирована в аноды и композиционный материал был нанесен в виде покрытия на латунную подложку электрохимическим способом. Для исследования наноалмазных частиц в медной матрице была применена просвечивающая электронная микроскопия (просвечивающие электронные микроскопы FEI TITAN 80-300 и FEI TITAN 60-300).

Рис.1. демонстрирует изображения ТЭМ композиционного материала. Отсутствие четко прорисованной границы между наноалмазными частицами и матрицей говорит об отсутствии там дефектов.

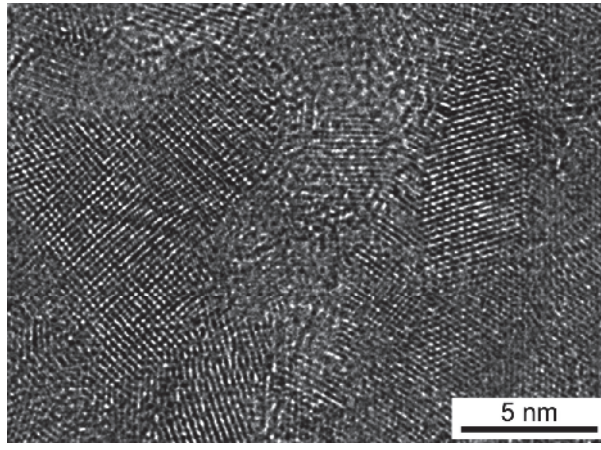


Рис.1. Изображение ТЭМ композиционного эдектрохимического покрытия «медь + 25%об наноалдмазов»

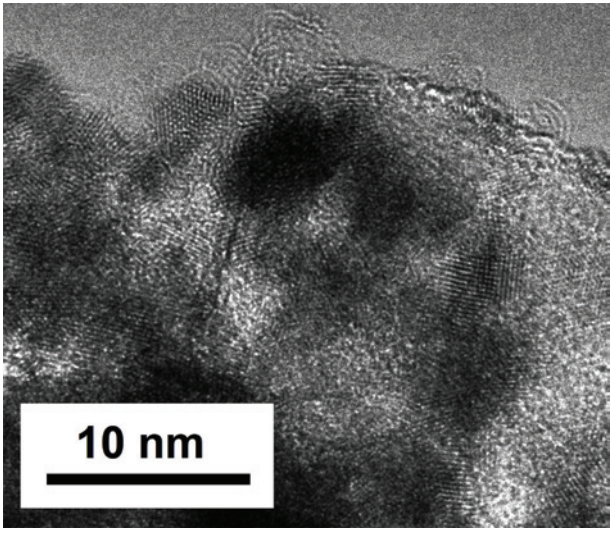


Рис.2. Изображение ТЭМ гранул композиционного материала «медь + 25%об наноалмазов»

Сопоставление полученных результатов с результатами других исследований говорит о том, что наноалмазы находятся в неагломерированном состоянии, дефекты на границе раздела «наноалмазная частица – матрица» отсутствуют.

Авторы благодарны М.Целикову, И.Ходосу, У.Кайзер за помощь, оказанную при проведении исследований.

1. V.A. Popov. Examination of Non-Agglomerated Nanodiamonds Inside Aluminum Matrix Composites by Synchrotron Radiation. In: *Zacharie Bartul and Jérôme Trenor (Eds.)* "Advances in Nanotechnologies. Volume 14", *Nova Science Publishers, New York, 2015,* pp. 185-200 **ISBN:** 978-1-63482-971-7

2. 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. **ISBN:** 978-1-62948-226-2

3. V.A. Popov, E.V. Shelekhov, E.V. Vershinina. European Journal of Inorganic Chemistry, 2015 DOI:10.1002/ejic.201501149

Исследование структуры металломатричных композитов с упрочняющими наночастицами карбида титана, полученными “in-situ” синтезом в алюминиевой матрице при механическом легировании

В.А. Попов, А.Д. Котов

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 Москва, Ленинский пр., 4, Российская Федерация

Разработке новых материалов с улучшенными свойствами уделяется много внимания, так как это позволяет повысить качество различных изделий и повысить срок их службы [1]. К перспективным материалам относятся и металломатричные композиты, в том числе с наноразмерными упрочняющими частицами. Одной из проблем, сдерживающих широкое применение таких материалов, является наличие инородных включений и загрязнений на поверхности наночастиц и, следовательно, на границе раздела «упрочняющая частица – металлическая матрица». Эти загрязнения, не смотря на их малое количество, значительно снижают прочность сцепления между компонентами композита, а в случае применения литейных технологий приводят к отсутствию смачивания, что, в свою очередь, ведет к невозможности равномерного распределения упрочняющих частиц в расплаве и в конечном счете – к удалению их из расплава. Задачей данного исследования является разработка способа синтеза упрочняющих частиц “in-situ” непосредственно в металлической матрице, что позволит избежать контакта упрочняющих частиц с атмосферой воздуха и появления загрязнений на границе раздела.

В данной работе исследовали возможность “in-situ” синтеза карбида титана в алюминиевой матрице при механическом легировании. Исходными материалами для синтеза служили коммерчески доступные наноалмазы детонационного синтеза и титановый порошок. Для формирования матрицы применили коммерчески доступный алюминиевый порошок. Исходные материалы взяли в пропорции: Al – 30г, Ti - 31,98г; НА - 8,02г. Полученные механическим легированием гранулы исследовали методами рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии. Рентгенофазовый анализ показал, что синтез осуществлен полностью: на дифрактограмме присутствуют только пики от алюминия и карбида титана (рис.1). Остаточного количества титана не обнаружено. Отсутствуют также про-

дукты реакции алюминия с титаном или какие-либо другие соединения. Это доказывает, что полученные композиционные гранулы состоят из алюминиевой матрицы и упрочняющих частиц карбида титана.

Исследование структуры гранул при помощи сканирующей электронной микроскопии показало (рис.2), что частицы карбида титана имеют размер 20-30 нм, то есть являются наночастицами, и равномерно распределены в алюминиевой матрице.

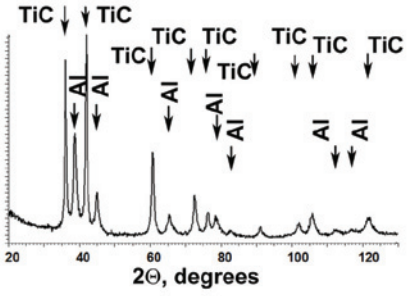


Рис.1. Диффрактограмма, полученная при исследовании полученных композиционных гранул

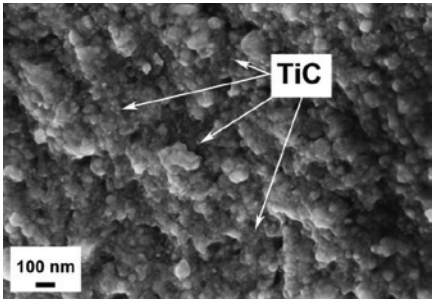


Рис.2. Изображение СЭМ поверхности гранулы нанокомпозита “Al + TiC”

Авторы благодарны А.Просвирякову, Т.Сагаловой и Т.Дремовой за помощь при проведении исследований.

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.

Применение сканирующей электронной микроскопии для изучения структуры металломатричных композитов с неагломерированными наноалмазными упрочняющими частицами

В.А. Попов

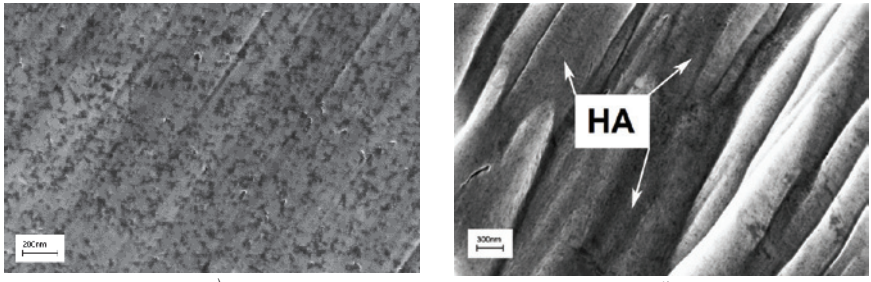
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 г. Москва, Ленинский пр., 4, Российская Федерация

Композиты вызывают значительный интерес у промышленности и науки, так как они позволяют получить уровень эксплуатационных характеристик, недостижимый в обычных материалах. В последнее время внимание привлекли нанокомпозиты [1]. Одним из перспективных видов упрочняющих наночастиц для нанокомпозитов являются наноалмазы [2]. Размер первичной наноалмазной частицы составляет 4-6 нм, но они объединены в агломераты, размер которых может достигать сотен микрометров. Разработаны различные способы снижения размеров агломератов или их полного раздробления. Эффективным следует признать применение механического легирования [3] для разбиения агломератов и равномерного распределения первичных наноалмазных частиц в металлической матрице [4, 5]. Так как размер первичных наноалмазных частиц колеблется около 5 нм, то их исследование представляет определенные трудности. Современные полевые эмиссионные сканирующие микроскопы позволяют осуществить такие исследования.

После механического легирования получают композиционные гранулы размером до 50-100 мкм. Исследовали поверхность гранул и их сечение. Для того, чтобы избежать изменения структуры композита, сечение гранулы осуществляли при помощи ионного пучка. Это позволяет гарантировать, что в процессе изготовления сечения не произошло перемещения структурных составляющих. Изображение в сканирующем электронном микроскопе формируется за счет контраста, вызванного рельефом поверхности, и на основании Z-контраста (Z – атомный номер элемента), т.е. при отсутствии рельефа поверхности образца фазы, состоящие из легких элементов, выглядят более темными, чем соединения из тяжелых элементов.

Исследования по разработке композитов с неагломерированными наноалмазными упрочняющими частицами показали, что существует возможность достижения неагломерированного состояния наноалмазов в металлической матрице. На процессы полного раздробления наноалмазов существенное влияние оказывают: объемная доля наноалмазов, время обработки в планетарной мельнице при механическом легировании, размер и материал шаров в мельнице, отношение массы шаров к массе обрабатывае-

мого материала, протекание фазовых превращения в процессе механического легирования. На рис.1 представлены изображения СЭМ поперечных сечений композиционных гранул «алюминий+25%об наноалмазов» (рис.1а) и «45%об меди + 45%об алюминия + 10%об наноалмазов). Большие параллельные борозды - это следы от ионного пучка. Видно (рис.1а), что большие исходные агломераты (размером в десятки и сотни микрометров) наноалмазов разбиты на чрезвычайно малые агломераты, состоящие из 5-20 наночастиц. И эти частицы равномерно распределены в металлической матрице. Рис.1б демонстрирует случай, когда все агломераты практически разбиты, в структуре наблюдаются только первичные наночастицы. Такому распределению способствовало снижение объемной доли наноалмазов, увеличение времени обработки и протекание фазового превращения в системе «медь-алюминий» при механическом легировании.



а) *б)*

Рис.1. Изображение СЭМ поперечных сечений композиционных гранул «алюминий+25%об наноалмазов» (рис.1а) и «45%об меди + 45%об алюминия + 10%об наноалмазов).

Автор благодарен А.Просвирякову и Д.Матвееву за помощь, оказанную при проведении исследований.

1. *F. Karimzadeh, M. Enayati, M. Tavoosi.* Mater. Sci. Eng. A 486 (2008) 45–48.
2. *В.А. Попов, А.В. Егоров, С.В. Савилов, В.В. Лунин, А.Н. Кириченко, В.Н. Денисов, В.Д. Бланк, О.М. Вяселев.* «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования», (2013), №11, с.20-29.
3. *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.
4. *V.A.Popov, E.V.Shelekhov, E.V.Vershinina.* European Journal of Inorganic Chemistry, DOI: 10.1002/ejic.201501149
5. *V. Popov.* Phys. Status Solidi A (2015) 212, No. 12, 2722–2726.

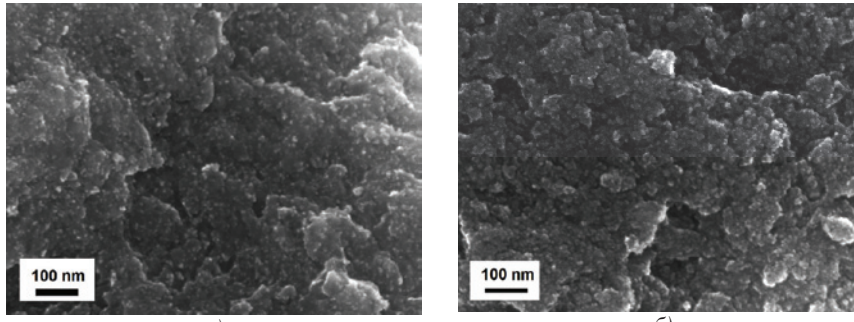
Исследование структуры гранул композиционных материалов, полученных с применением механического легирования

В.А. Попов, А.С.Просвиряков

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 Москва, Ленинский пр., 4, Российская Федерация

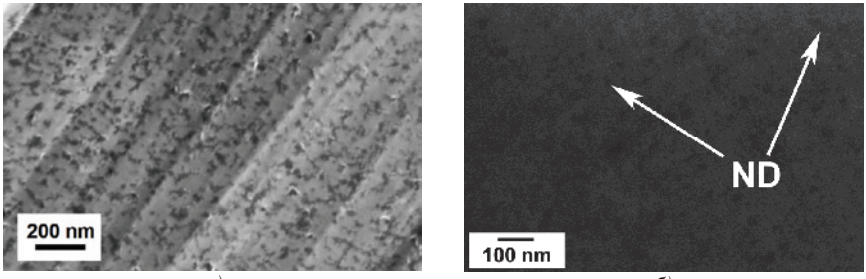
Одним из способов получения металломатричных композитов является механическое легирование. Этот способ является эффективным и в случае применения наноалмазов в качестве упрочняющих частиц [1-4]. Исследование проводили на композитах с алюминиевой, медной, никелевой и цинковой матрицами. Объемную долю наноалмазов варьировали от 5 до 35%. Механическое легирование осуществляли в планетарной мельнице. Исследования показали, что механическое легирование позволяет полностью раздробить агломераты наноалмазов и добиться равномерного распределения неагломерированных наноалмазных частиц в металлической матрице. Разбиение больших агломератов до микроагломератов размером 20-25 нм происходило во всех исследованных случаях. Для полного разбиения агломератов требуется увеличение обработки в планетарной мельнице, снижение объемной доли наноалмазов ниже 20% и желательно, чтобы в металлической матрице при механическом легировании происходили фазовые превращения.

Рисунки 1 и 2 демонстрируют изображения СЭМ поверхности и поперечных сечений композиционных гранул с различными металлическими матрицами и наноалмазными упрочняющими частицами.



а) *б)*

Рис.1. Изображения СЭМ поверхности композиционных гранул с наноалмазными упрочняющими частицами (25%об) с медной (а) и цинковой матрицами



а) *б)*

Рис.2. Изображения СЭМ поперечного сечения композиционных гранул с медной матрицей и наноалмазными упрочняющими частицами: а) 25%об; б) 5%об.

Авторы благодарны И.Карнауху и Д.Матвееву за помощь при проведении исследований.

1. V.A. Popov. Examination of Non-Agglomerated Nanodiamonds Inside Aluminum Matrix Composites by Synchrotron Radiation. In: *Zacharie Bartul and Jérôme Trenor (Eds.)* "Advances in Nanotechnologies. Volume 14", *Nova Science Publishers, New York, 2015,* pp. 185-200 **ISBN:** 978-1-63482-971-7

2. 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. **ISBN:** 978-1-62948-226-2

3. V.A. Popov, V.A. Zaitsev, A.S. Prosviryakov, M.E. Samoshina, T.B. Sagalova, I.I. Khodos, M.N. Koval'chuk. Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2011, Vol. 52, No. 3, pp. 319-323.

4. V.A. Popov, E.V. Shelekhov, E.V. Vershinina. European Journal of Inorganic Chemistry, 2015 DOI:10.1002/ejic.201501149

Комплексные электронномикроскопические исследования структуры нанокомпозита $PdCu/Al_2O_3$, синтезированного вакуумной конденсацией металлов на керамической подложке с открытой нанопористостью

М.Ю. Пресняков[1], Е.К. Белоногов[2], А.Л. Васильев[1]

1 НИЦ «Курчатовский Институт», Москва, Россия
2 ФГБОУ ВПО «ВГУ», Воронеж, Россия

В рамках отработки новой методики создания и изготовления композиционных мембранных элементов для глубокой очистки водорода, отличающихся высокой удельной производительностью и малым расходом Pd, в данной работе исследованы синтезированные образцы гетероструктур PdCu/Al2O3 [1], сформированные магнетронным распылением и конденсацией в вакууме сплава PdCu на поверхность керамики Al_2O_3 с открытой сквозной нано пористостью. Установлены закономерности формирования микроструктуры и химического состава селективных мембранных элементов для нескольких образцов на различных стадиях их формирования [2]. Исследование проводилось комплексно - методами растровой электронно-ионной микроскопии (РЭИМ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ), энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ) и спектрометрии потерь энергии электронов (СПЭЭ). Использованы РЭИМ Helios Nanolab 600i (FEI, США) с системой энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ) (EDAX, США) и ПЭМ/ПРЭМ Titan 80-300 (FEI, США) с корректором сферической аберрации осветительной системы, твердотельным кольцевым высокоугловым темнопольным детектором и двумя аналитическими системами - ЭРМ (EDAX, США) и СПЭЭ (Gatan, США). Образцы для ПЭМ/ПРЭМ были изготовлены методом сфокусированного ионного пучка по стандартной методике.

Проведено исследование открытой пористости композитной гетероструктуры $PdCu/Al_2O_3$ и определены параметры и основные закономерности наследования слоем PdCu нанорельефа и нанопор Al_2O_3, визуализирована и определена степень открытости/заполнения нанопор Al_2O_3, а также зависимость параметров нанорельефа поверхности PdCu от условий конденсации. Исследован интерфейс мембрана-подложка, оценены параметры, влияющие на степень адгезии, определена структура слоев PdCu в зависимости от условий синтеза. Методами ЭРМ и СПЭЭ определены флуктуации химического состава слоев PdCu. Комплексный подход позволил поэтапно контролировать процесс формирования гетероструктуры

$PdCu/Al_2O_3$ и связать степень водородопроницаемости мембраны с условиями синтеза композита.

Работа частично выполнена на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС- технологий НИЦ “Курчатовский институт”.

Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках гранта 16-38-50029 мол_нр.

1. *Иевлев В.М., Солнцев К.А., Максименко А.А., Белоногов Е.К., Канныкин С.В., Синельников А.А., Синецкая Д.А.*// Доклады Академии наук. 2015. Т. 460. № 4. С. 422.
2. *Иевлев В.М., Солнцев К.А., Максименко А.А., Канныкин С.В., Белоногов Е.К., Донцов А.И., Рошан Н.Р.* // Доклады Академии наук. 2014. Т. 457. № 6. С. 676.
3. *М.Ю. Пресняков, А.И. Попов, Д.С. Усольцева, М.Л. Шупегин, А.Л. Васильев*// Российские нанотехнологии. Т 9, №7-8, 2014, СС. 59-70.

Лоренцева микроскопия магнитных пленок FeNi, Fe/Si/Fe и Co/Ru/Co

Е.В. Пустовалов[1], А.С. Гуральник[2], С.С. Грабчиков[3], А.Г. Колесников[1], М.Е. Стеблий[1], А.В. Огнев[1], А.С. Самардак[1], А.Н. Федорец[1], В.С. Плотников[1]

1 Дальневосточный федеральный университет, 690950, г.Владивосток, Суханова 8
2 Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН, г.Владивосток, ул.Радио 5
3 «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, 220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь

Квантовомеханические эффекты в магнитных системах давно привлекаю внимание исследователей. Большое количество работ посвящено как теоретическим, так и экспериментальным исследованиям таких систем. Практическое решение задачи инжекции спин-поляризованных электронов в кремний, в сочетании с эффектами самоорганизации, в будущем позволит открыть новую страницу микроэлектронных элементов. Гигантское магнитосопротивление используется в различных датчиках и устройствах. Тем не менее, вопросы влияния реальной кристаллической структуры, технологических параметров на магнитные характеристики еще окончательно не выяснены.

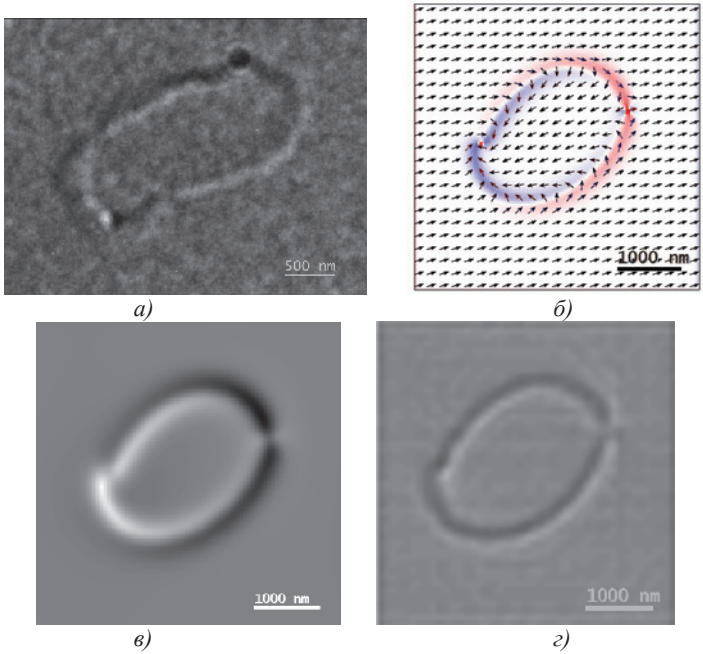
Одним из прямых методов наблюдения магнитной структуры объектов является Лоренцева микроскопия. В дополнении с другими методами, такими как, Керр-микроскопия, магнитная силовая микроскопия, моделирование, Лоренцев метод электронной микроскопии, позволяет зафиксировать динамику изменения магнитной структуры.

В работе исследовалась магнитная структура электросажденных пленок пермаллоя, многослойных пленок Fe/Si и пленок Co/Ru/Co, полученных термическим осаждением. Толщина пленок составляла от 5 до 50 нм. Исследования проводились с помощью FEI Titan 80-30 и Zeiss Libra 200 HR, при ускоряющих напряжениях 80, 300 и 200 кВ, соответственно. В FEI Titan использовался Лоренцев режим, дифференциальный детектор и режим голографии, в Zeiss Libra 200 HR использовался режим малых увеличений. Изменения магнитного поля в области образца осуществлялись возбуждением объективной линзы и наклоном образца.

Исследования показали, что магнитный сигнал поперечного сечения многослойных пленок Fe/Si недостаточен для регистрации всеми видами детекторов. Планарные объекты пленок FeNi и Co/Ru/Co демонстрируют развитую структуру магнитных доменов. Объекты пленок FeNi имеют классическую структуру полосовых доменных стенок, тогда как пленки

Co/Ru/Co, в зависимости от толщины слоев, демонстрируют магнитные домены более сложной структуры. Магнитное поле в Лоренцевом режиме, и в режиме малых увеличений, не всегда достаточно для полного намагничивания исследуемых объектов. Для визуализации магнитного контраста использовалась дефокусировка, в отдельных случаях достигавшая нескольких миллиметров.

Проведенное моделирование микромагнитной структуры с помощью OOMF [1] и моделирование электронно-микроскопических изображений в Лоренцевом режиме [2], показывают хорошее согласие между экспериментом и моделью.



а) *б)* *в)* *г)*

Рис. 1. Изображения магнитной структуры: а) экспериментальное ПЭМ Libra; б) OOMMF модель; в) расчет контраста MFM; г) расчет контраста в Лоренцевом режиме.

1. *M.J. Donahue, D.G. Porter.* OOMMF User's Guide, Version 1.0, Interagency Report NISTIR 6376, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD (Sept 1999)

2. *S.K. Walton, K. Zeissler, W.R. Branford, S. Felton.* IEEE Trans. on Magn., 2013, 49, 4795—4800.

Исследование структуры и фазового состава тонких пленок эквиатомного сплава Pd-Cu

Д.А. Синецкая, А.А. Синельников

Воронежский государственный университет, 394006, г. Воронеж, Россия

Наиболее производительным способом получения высокочистого водорода является извлечение из промышленных газовых смесей с помощью диффузии через металлические мембраны на основе палладиевых сплавов, проницаемость которых для других газов бесконечно мала. С точки зрения высокой водородной проницаемости перспективным является сплав Pd-Cu, с содержанием палладия 30 – 55 ат.%. Атомное упорядочение такого сплава приводит к превращению ГЦК решётки неупорядоченного сплава в ОЦК решётку (типа CsCl). Условия зарождения и существования β фазы в тонких пленках представляют особый интерес.

Ранее в работе [1] было выявлено, что в плёнках толщиной до 1 мкм фазовый состав главным образом определяется концентрацией компонентов. Обнаружено влияние скорости конденсации. Практически однофазные пленки и содержащие только β фазу, формировались в интервале концентраций 47 - 50 ат.% Pd и толщине пленки до 200 нм.

Образцы фольги Pd – Cu эквиатомного состава получали методом магнетронного распыления мишени соответствующего состава на установке с безмасляными средствами откачки. В качестве подложек использовали фторфлогопит (ФФ) и гетероструктуру SiO_2/Si. Конденсацию проводили на подложки нагреваемые потоком осаждаемого материала до 450-500 К.

Основные результаты работы представлены в табл.1.

Табл. 1. Зависимость размера зёрен и фазового состава фольги от толщины и условий конденсации

№	Подложка	Толщина плёнки, нм	W_k, нм/с	Средний размер зерна, нм	Фазовый состав
1	ФФ	200	0,4	10-50	β
2	ФФ	200	0,8	10-50	α+β
3	SiO_2/Si	100	0,8	5-7	β
4	ФФ	100	0,8	до 10	β
5	ФФ	100	1,2	до 10	β

Особый интерес представляют образцы 3 и 4. Они были получены одновременной конденсацией на ориентирующую (ФФ, скол в плоскости 001) и не ориентирующую (SiO_2/Si с атомарно гладкой поверхностью) подложки. На рис. 1а видно, что для образца 3 характерна лабиринтная структура в

конечной стадии перехода островковой плёнки в сплошную, в то время как образец 4 – это сплошная плёнка (рис. 1в). Не смотря на то, что их толщина одинакова, размер зерен образца 4 в 1,5 раза больше. Это возможно объяснить отличающимися условиями зарождения островков растущей пленки, их привязкой к ориентирующей подложке. Что позволяет укрупняющемуся островку поглощать более мелкие при минимуме энергии, необходимой для активации акта поворота до образования когерентной границы зерен, либо полного слияния. Появление пучностей преимущественной ориентации на картинах дифракции в ранее полученных экспериментальных материалах происходило при конденсации на подогреваемые выше 650 К подложки.

Картина микродифракции образца 3 (рис. 1б) характерна для поликристаллической плёнки. На микродифракции образа 4 (рис. 1г) видны отдельные рефлексы, что подтверждает больший размер зерен.

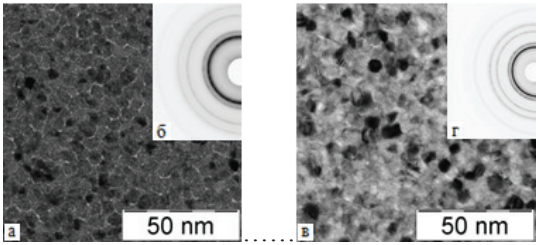


Рис. 1. Изображения ПЭМ (Libra 120 Carl Zeiss): а, в – светлопольные образцов 3 и 4 соответственно; б, г – фрагменты картин микродифракции образцов 3 и 4.

Выводы. Для пленок толщиной 200 нм увеличение скорости конденсации с 0,4 до 0,8 нм/с приводит к смене однофазного состава двухфазным α+β. Конденсационно-стимулированная диффузия и ориентирующий эффект подложки повлияли на структуру образцов, и стадия формирования сплошной плёнки на фторфлогопите завершилась раньше.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания ВУЗам в сфере научной деятельности на 2014 – 2016 годы (проект №848), и поддержана грантом РФФИ №13-08-12408.

1. *В.М. Иевлев, К.А. Солнцев, А.А. Максименко. ДАН, 2014, 6, 676-679.*

Комплексное структурное исследование нанокомпозита состава Графен-Магнетит

А.Ю. Соловьева[1], Ю.В. Иони[1], С.П. Губин[1], А.С. Авилов[2], А.О. Баскаков[2], И.С. Любутин[2]

1 Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, г. Москва
2 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва

Прошло несколько лет с момента экспериментального открытия Новоселовым и Геймом графена, первого и, пожалуй, самого яркого представителя нового класса материалов — двумерных кристаллов. Сам по себе графен удивительный материал, обладающий рядом уникальных физических, химических и механических свойств [1], а при фиксации на его поверхности различных наночастиц (НЧ) может привести к созданию новых нанокомпозитов, обладающими объединенными свойствами [2].

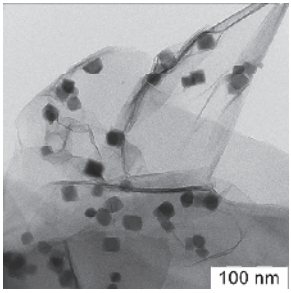
В связи с этим, целью данной работы являлось получение наночастиц магнетита на поверхности графена, и его исследование.

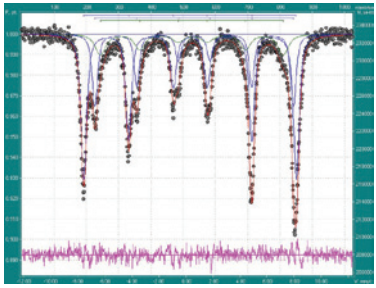
Наночастицы магнетита наносились на поверхность графена по новой методике. Первоначально, готовили дисперсию оксида графена в изопропаноле при помощи ультразвука. Затем, к полученной дисперсии добавили соответствующие соли железа. Конечную систему поместили в кварцевой пробирке в стальной автоклав и выдерживали при 280 °С 18 часов. Полученный материал реагировал на прикладываемое внешнее магнитное поле. Все образцы были исследованы при помощи просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), рентгенофазового анализа (РФА), атомно-силовой микроскопии (АСМ) и мёссбауэровской спектроскопии.

Из анализа микрофотографий ПЭМ следует, что НЧ Fe_3O_4 в исследуемой дисперсии графен-магнетит образуют частицы по форме близкие к тетраэдрической, находятся на поверхности графенового листа. Средний размер НЧ магнетита составил 21 нм.

Исследование фазового состава нанокомпозита с помощью РФА показал наличие двух фаз: магнетита с кубической гранецентрированной структурой кристаллической решетки (JCPDS 85-1436) и графена. Средний размер НЧ магнетита, оцениваемый по области когерентного рассеивания, составил ≈ 23 нм, что согласуется с данными ПЭМ.

Анализ АСМ-изображения подтвердил, что НЧ магнетита находятся на поверхности графена. Толщина чешуек графена составляет 1-2 нм, что соответствует многослойному графену. Большинство наночастиц связанных с графеном имеют высоту в диапазоне от 10 до 24 нм.





а) *б)*

Рис. 1. а) ПЭМ-изображение нанокомпозита графен-магнетит; б) Мёссбауэровский спектр для нанокомпозита графен-магнетит

Полученные мёссбауэрские спектры структуры G-Fe_3O_4, снятые при комнатной температуре, содержат два секстета, вклады которых находятся в отношении отличном от 2:1, характерном для массивного магнетита, что говорит о том, что ионы железа в образце разделены на две подрешетки (в одной, октаэдрической, катионы находятся в двух степенях окисления (+2,+3), а в другой, тетраэдрической, в одной (+3)), однако исследуемый магнетит является нестехиометричным. При этом, параметры мёссбауэрского спектра говорят о том, что магнетит находится при температуре выше температуры перехода Вервея.

В данной работе был разработан новый метод получения нанокомпозитов графен-магнетит, обладающих магнитными свойствами. В дальнейшем эта методика позволит наносить на поверхность графена различные НЧ, в зависимости от предъявляемых свойств к конечному материалу.

1. *A.K. Geim, K.S. Novoselov.* Nature Mater., 2007, 6, 183-191.

2. *Ю.В. Иони, С.Е. Любимов, В.А. Даванков, С.П. Губин*. Журн. Неорг. Хим., 2013, 58, 4, 451

Исследование микроструктуры тонких пленок $Cu_2ZnSnSe_4$, полученных электрохимическим осаждением

А.В. Станчик[1], В.Ф. Гременок[1], С.А. Башкиров[1], А.Н. Петлицкий[2], Т.В. Петлицкая[2], С.Н. Шашков[3]

[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]ООО «СОЛ инструментс», 200005 а/я 235, г. Минск, пр. Независимости 58-10, Беларусь

Полупроводниковый материал $Cu_2ZnSnSe_4$ (CZTSe) является потенциальной альтернативой в качестве поглощающего слоя на замену существующим материалом CIGS и CdTe вследствие его подходящих оптических и физических свойств, широко распространенных, не токсичных и не дорогих составных элементов [1]. В данной работе представлены результаты исследования морфологии, элементного состава и комбинационного рассеяния пленок CZTSe на гибких подложках, что позволит использовать солнечные элементы на их основе во многие приложения, где традиционные не смогут конкурировать.

Для получения пленок CZTSe использовали следующую технологию: 1) получение металлических прекурсоров Cu-Sn-Zn электрохимическим осаждением на подложках из Mo и Ta фольги; 2) отжиг полученных прекурсоров в атмосфере 95% Ar с добавлением 5% H_2 при температуре 300-350 °C в течение получаса; 3) селенизация прекурсоров при температуре 500-550 °C. Морфологию поверхности пленок исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе Hitachi S-806. Элементный состав пленок определяли методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМ) с помощью CAMECA SX-100. Пленки анализировали с помощью комбинационного рассеяния (КР) на сканирующем лазерном микроскопе Confotec MR520 с длинной волны лазера 532 нм.

Структура поверхности пленок CZTSe осажденных на Mo и Ta подложки различна (рис.1): в первом случаи на поверхности присутствуют различной формы кристаллы размером 1.6-4.4 мкм и до 0.8 мкм, а во втором случаи – формируется мелкокристаллическая структура, хаотично ориентированных кристаллов. Согласно РСМ пленок атомные соотношения [Zn/Sn], [Cu/(Zn+Sn)] и [Se/металл] составляли для пленки на Mo подложке 1.52, 0.98, 1.08, соответственно, и для пленки на Ta подложке 0.61, 0.72, 1.07, соответственно. Данные соотношения указывают на небольшой дефицит Cu, избыток Zn в пленке на Mo подложке и дефицитом на Ta подложке.

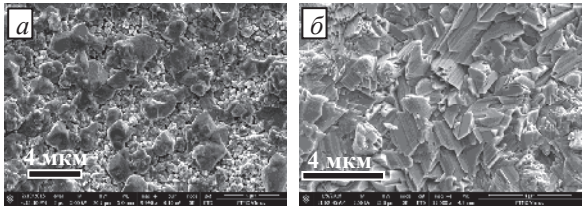


Рис. 1. СЭМ-изображения поверхности пленок CZTSe на Mo (*а*) и Ta (*б*) подложках

Спектры КР демонстрируют набор полос (рис. 2), наиболее заметны полосы 173, 197, 243 $см^{-1}$ для пленки на Mo подложке, а на Ta подложке – 168, 190, 243 $см^{-1}$. Соответствующие пики были обнаружены в работах [1-4] и отнесены к $Cu_2ZnSnSe_4$. Однако для пленки на Mo подложке можно отметить, что ZnSe присутствует, т.к. КР обнаруживает широкий пик при 197 $см^{-1}$ [4]. Таким образом, проведенный анализ КР свидетельствует о том, что CZTSe пленки, полученные электрохимическим осаждением прекурсоров, относиться к $Cu_2ZnSnSe_4$ со структурой кестерита.

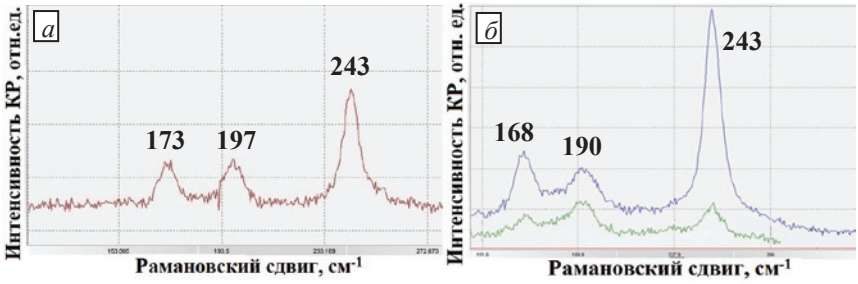


Рис. 2. Типичные спектры КР пленки CZTSe на Mo (*а*) и Ta (*б*) подложках

Полученные результаты находятся в хорошем соответствии с литературными данными для пленок CZTSe, полученных другими методами [1-4].

Работа выполнена при поддержке БРФФИ №Ф15КОР-004 и гранта МИЦНТ №080-310.

1. *R. Juskenas, S. Kanapeckaite, V. Karpaviciene, Z. Mockus, V. Pakstas, A. Selskiene, R. Giraitis.* Solar Energy Materials & Solar Cells, (2012), 101, 277–282.

2. *A. Fairbrother, M. Neuschitzer, E. Saucedo, A. Perez-Rodriguez.* Phys. Status Solidi A, (2014), 1–7.

3. *X. Yin, T.J. Huang, C. Tang, M. Du, L. Sun. Z. Shen, H. Gong*. Solar Energy Materials & Solar Cells, (2015), 134, 389–394.

4. P.*M.P. Salome, P.A. Fernandes.* Thin Solid Films, (2009), 517, 2531–2534.

Исследование методами растровой электронной микроскопии металлооксидных пленок, полученных из пленок цинка, олова и серебра

В.В. Томаев[1,3], В.А. Полищук[2], Н.С. Пщелко[3], Е.Г. Водкайло[3], Е.Н. Борисов [1]

[1]Санкт–Петербургский государственный университет, Россия, 198504, г. Санкт–Петербург, Петродворец, Университетский пр. 26
[2]Санкт–Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, Россия, 197101, г. Санкт–Петербург, Кронверкский пр., 49
[3] Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», Россия, 199106, г. Санкт-Петербург В.О., 21-я линия, 2

Обнаружение токсичных и взрывоопасных газов осуществляется датчиками газов, в которых в качестве сенсорных элементов могут быть использованы металлооксидные пленочные нанокомпозиты [1].

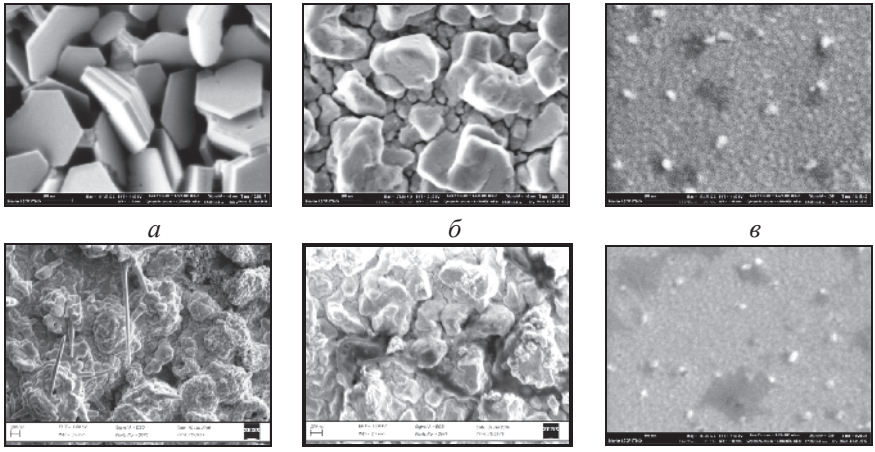
Величиной газовой чувствительности можно управлять за счет изменений размеров зерен поликристалла, что приводит к сильному влиянию на электропроводность пленок [2, 3].

Проведены исследования, связанные с выращиванием пленок цинка, олова и серебра термическим вакуумным испарением и дальнейшим получением из них соответствующих металлооксидных нанокристаллических пленок термической обработкой в атмосфере сухого воздуха.

Методом сканирующей электронной микроскопии исследована морфология поверхности, определен размер нанокристаллов как в исходных пленках цинка, олова и серебра, так и в модифицированных пленках их соответствующих оксидов. Исследован элементный состав всех исследуемых пленок.

На рис. 1 представлены морфологии исходных пленок Zn (*а*), Sn (*б*), Ag (*в*) и таких же пленок, модифицированных термической обработкой в атмосфере сухого воздуха (*г*), (*д*), (*е*) соответственно. Для морфологии поверхности пленок цинка (рис. 1, *а*) характерно наличие как одиночных нанокристаллов, так и сростков из двух или более нанокристаллов, гексагональной формы и незначительным разбросом размера в поперечнике 500-700 нм. Морфология поверхности пленок олова (рис. 1, *б*) характеризуется наличием частиц неправильной формы с разбросом размера в поперечнике 100-700 нм. Поверхность серебряных пленок (рис. 1, *в*) характеризуется мелкозернистой структурой, состоящей преимущественно из частиц круглой формы размером 10 нм, на которых располагается небольшое количество (примерно 1-5 %) более крупных, имеющих размер ~40 нм).

Элементный анализ для произвольных локальных областей пленок цинка (*г*), олова (*д*) и серебра (*е*), модифицированных термической обработкой в атмосфере сухого воздуха соответственно показывает содержание разного количества кислорода, которое свидетельствует о возникновении металлооксидной фазы на поверхности металлических пленок. Размер отдельных частиц оксида цинка, появившихся на поверхности металлических пленок цинка составляет примерно 30-50 нм. Размер частиц диоксида олова колеблется в более широких пределах, примерно 70-250 нм. Серебряная пленка при температурах 450°С слабо взаимодействует с молекулами кислорода воздуха, поэтому морфология пленки и ее элементный состав изменяются слабо по сравнению с исходной пленкой.



а *б* *в*

г *д* *е*

Рис. 1.

Обсуждаются закономерности формирования нанокристаллов как исходных металлических пленок, так и их оксидов, на основании теории гомогенного и гетерогенного образования зародышей новой фазы.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 14-03-00822) и Государственного задания №2014/190 Министерства образования и науки РФ.

1. *Л.А. Обвинцева*. Рос. Хим. Ж. (Ж. Рос. Хим. Об-ва им. Д.И. Менделеева), LII, 2, 113 (2008).
2. J. Watson, K. Ihokura, G.S.V. Coles. Meas. Sci. Technol., 4, 711 (1993).
3. C. Xu, J. Tamaki, N. Miura, N. Yamazoe. Sensor and Actuators B, 3, 147 (1991).

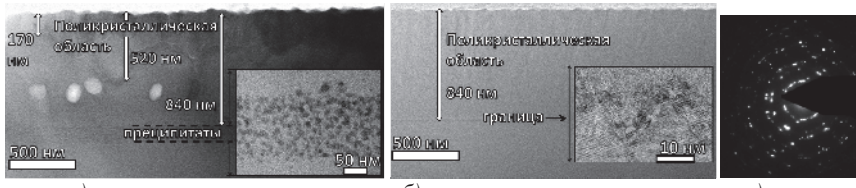
Исследование эпитаксиальных слоев низкотемпературного GaAs методами электронной микроскопии

И.Н. Трунькин[1], А.Л. Васильев[1, 2], Г.Б. Галиев[3], Е.А. Климов[3], Р.М. Имамов[2], С.С. Пушкарёв[3], П.П. Мальцев[3]

1 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва
2 Институт кристаллографии РАН, Москва
3 Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН

В течение последних двух десятилетий не ослабевает интерес к формированию тонких плёнок A3B5 методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) при низких температурах[1]. Эпитаксиальные слои GaAs, выращенные при температурах T_g = 150–350 °C, обладают высоким структурным совершенством и уникальными свойствами, которые в совокупности позволяют использовать LT-GaAs (low-temperature GaAs) в качестве материала для фотопроводящих антенн, генерирующих и детектирующих терагерцевое электромагнитное излучение. Эти свойства (высокое удельное сопротивление неосвещённого материала; сверхмалое время жизни фотовозбуждённых носителей заряда, относительно большая подвижность носителей заряда[2-3]), связаны с избытком атомов мышьяка.

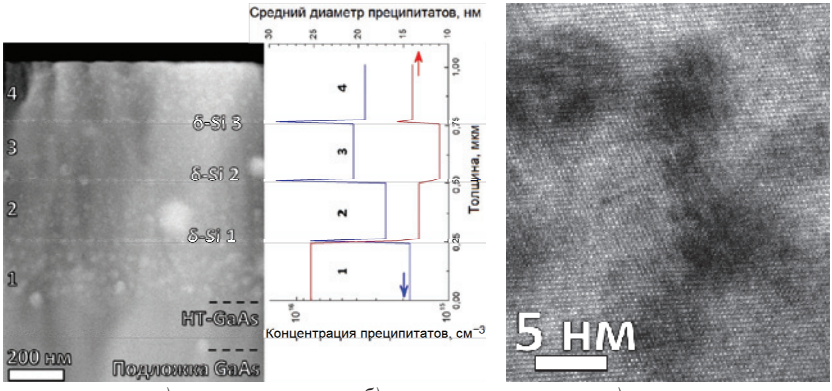
В работе исследовано влияние давления мышьяка при МЛЭ росте на кристаллическую структуру слоев GaAs-LT на подложках GaAs с ориентациями (100) и (111)A (последняя отличается избыточными оборванными связями атомов Ga). Соотношение потоков мышьяка As_4 и Ga (γ) изменялось в диапазоне от 17 до 52. Исследовалось три типа пленок GaAs-LT: а) нелегированные б) однородно легированные Si и в) с тремя эквидистантно расположенными δ-слоями Si. После отжига образцов были приготовлены образцы поперечных срезов и методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии (П/РЭМ) была исследована их микроструктура. Обнаружено, что δ-слои кремния в LT-GaAs служат центрами образования преципитатов мышьяка.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Светлопольное ПРЭМ-изображения образца: а) до отжига; б) после отжига; в) электронограмма поликристаллической области

Оценены средний размер, концентрация и пространственное распределение преципитатов.



а) *б)* *в)*

Рис. 3. а) темнопольное высокоугловое ПРЭМ-изображение, полученное регистрацией электронов, рассеянных на большие углы, монокристаллического образца на подложке (100); б) зависимость среднего размера и пространственное распределение преципитатов As от положения в слое; в) светлопольное ПЭМ-изображение преципитатов.

Исследована зависимость микроструктуры LT-GaAs от γ. В ряде образцов выявлены области размером 100–150 нм, идентифицированные с помощью рентгеновского микроанализа как поры. Выявлено, что во всём указанном диапазоне γ плёнки LT-GaAs на подложках (111)A обладают более высокой дефектностью, чем на подложках с ориентацией (100), и характеризуются наличием поликристаллических областей.

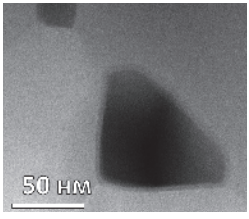


Рис. 4. Темнопольное ПРЭМ-изображения, полученное регистрацией электронов, рассеянных на большие углы, пор в поликристаллической пленке образца, выращенного на подложке (111)A.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-07-00187 А.

1. *Liliental-Weber Z., Swider W., Yu K.M. et al.* Appl. Phys. Lett. 1991. 58. 19. 2153.
2. *Gupta S., Frankel M.Y., Valdmanis J.A. et al.* Appl. Phys. Lett. 1991. 59. 25. 3276.
3. *Baker C., Gregory I. S., Tribe W. R. et al.* Appl. Phys. Lett. 2003. 83.4113.

Происхождение и структура сверхтвердой фазы 3D-полимеризованного фуллерена, полученной в результате термобарической обработки

Е.В. Тюкалова[1,2], Б.А. Кульницкий[1,2], И.А. Пережогин[1,2], М.Ю. Попов[1,2], В.Д. Бланк[1,2]

1 Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Троицк, г. Москва, Россия
2 Московский физико-технический институт, г. Долгопрудный, Московская область, Россия

В данной работе методами просвечивающей электронной микроскопии исследовалась структура и спектры потерь энергии электронов (EELS) фазы углерода, полученной в результате обработки фуллерита C_{60} высокой температурой и высоким давлением. Эта фаза имеет высокую твердость 100ГПа и обладает эффектом упругого восстановления отпечатка 98%. На основе этой структуры был получен твердый композитный материал, обладающий уникальными свойствами: высокой прочностью на сжатие и, одновременно с этим, высоким напряжением изгиба [1].

Исследуемые образцы были получены путем обработки фуллерита C_{60} давлением 0.5-4 ГПа и температурой 1100-1500ºС в камере высокого давления. На рис. 1 представлено ПЭМ-изображение высокого разрешения данного образца, на котором видны плоскости, составляющие угол 70º. По всей видимости, рассматриваемая структура образуется в результате частичного или полного разрушения молекул фуллерена. Однако, под воздействием экстремальных условий, разрушение молекул фуллерена происходит в образце неравномерно. Таким образом, наряду с исследуемой 70º - фазой углерода, мы наблюдали фрагменты разрушенных молекул фуллерена и аморфный углерод, а также в данном образце присутствуют структуры частично разрушенного фуллерена и разрушенных 70º - фаз углерода.

1. *M. Popov*, *S. Perfilov, D. Ovsyannikov, B. Kulnitskiy, I. Perezhogin, E. Tyukalova, V. Prokhorov, I. Maslenikov, E. Skryleva, Y. Parkhomenko, V. Blank.* MRS Communications, (2015), 5(01), 71-75.

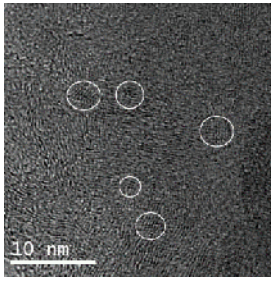


Рис. 1. ПЭМ-изображение высокого разрешения исследуемой фазы. Видна система разупорядоченных плоскостей с соответствующими межплоскостными расстояниями 0.33нм. Угол между плоскостями ~ 70º

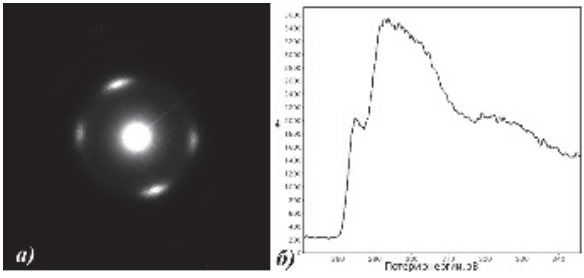


Рис. 2. а) Дифрактограмма и б) спектр характеристических потерь энергии электронов.

Структурные особенности многослойных пленок системы NiFe/Cu

А.Н. Федорец[1], Е.Б. Модин[1], В.С. Плотников[1], Е.В. Пустовалов[1], С.С. Грабчиков[2]

1 ФГАОУ ВПО «Дальневосточный федеральный университет», г. Владивосток, Приморский край, ул. Суханова 8, Россия
2 ГНПО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Беларусь

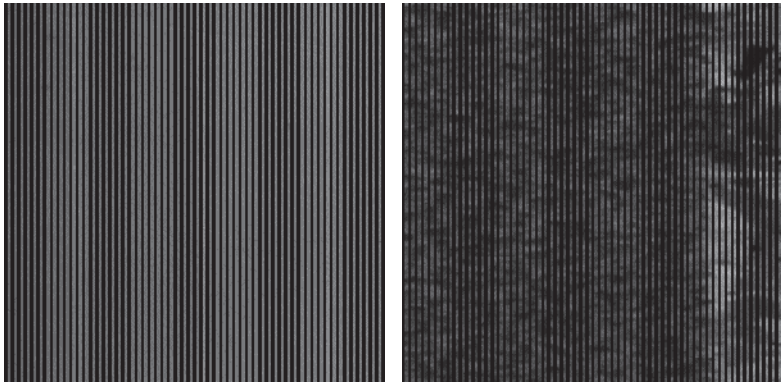
Электролитическое осаждение представляет собой простой и широко распространенный метод для осаждения тонких пленок металлов и сплавов на проводящих подложках. Различные параметры электролитического осаждения влияют на структуру и физические свойства полученных покрытий [1].

Исследование структуры гальванических пленок имеет большое значение не только для лучшего понимания механизма роста тонких пленок, но и для получения пленок с заданной структурой, чтобы получить уникальные физические и химические свойства [2].

При тонких слоях ($Cu_{1\ нм}$ / $(Ni_{80}Fe_{20})_{1,25\ нм}$) с очень гладкими интерфейсами наблюдается эффект гигантского магнетосопротивления (GMR) [3]. При увеличении толщины слоев, покрытие выполняет роль магнитного экрана. Магнитные экраны на основе многослойных пленочных структур имеют эффективность экранирования в несколько раз выше, чем однослойные экраны из пермаллоя одинаковой толщины, которые широко распространены в промышленности.

Были проведены SEM/FIB исследования многослойного металлического покрытия с чередующимися слоями меди и пермаллоя, толщиной 1 мкм и 20 мкм, соответственно (Рис. 1). Энергодисперсионный анализ показал перенос атомов из разных слоев. Так в слоях меди присутствуют следы железа и никеля (Fe – 8,5 ат.%; Ni – 5,5 ат.%; Cu – 86 ат.%), а в пермаллоевых слоях присутствуют следы меди (Fe – 46 ат.%; Ni – 51 ат.%; Cu – 3 ат.%) (Рис. 2).

Работа выполнена при поддержке «Научного фонда» ДВФУ, РФФИ № 15-02-06545 и госзадания № 559.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения СЭМ (Carl Zeiss Crosbeam 1540XB): а) многослойное покрытие NiFe/Cu; б) зеренная структура слоев NiFe (справа и слева) и Cu (по центру).

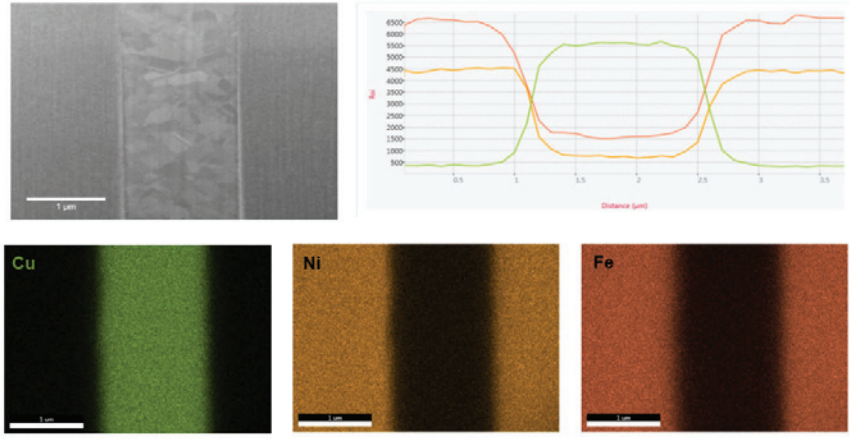


Рис. 2. Результаты картирования по линии и по площади участка структуры пермаллой/медь.

1. *E. Jartych, M. Jalochowski, M. Budynski.* Influence of the electrodeposition parameters on surface morphology and local magnetic properties of thin iron layers, Applied Surface Science (2002), 193, 210–216.

2. *Singh S, Basu S.* Structure and morphology of the Ni films grown by different deposition methods, Surface & Coatings Technology (2006), 201, 952–957.

3. *J. Ai, Y. Gao, G. Yang, F. Pan.* Micro-structure, nano-property and nano-tribological behaviour of the permalloy/copper multilayers, Surface & Coatings Technology (2007), 201, 5988–5993.

Исследования микроструктуры многослойных структур Fe/Cr/Gd

Ю.М. Чесноков[1], А.Л. Васильев[1,2], В.В. Устинов[3], Е.А. Кравцов[3].

[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]Институт физики металлов Уральского отделения РАН, 620990, Екатеринбург, ул. С.Ковалевской, 18, Россия

Магнитные многослойные структуры, сформированные из чередующихся слоев переходных 3d-металлов и редкоземельных 4f-элементов, проявляют необычные физические свойства и, тем самым, привлекают внимание к микроструктуре. Исследования магнитных свойств многослойных структур Si//Cr(50Å)[Fe(35Å)/Cr(t)/Gd(50 Å)/Cr(t)]$_{12}$Cr(30Å), где t=0–60Å, показали существенную зависимость свойств (величина обменных констант, зависимость магнитного момента от температуры, частота ферромагнитного резонанса) от толщины прослойки Cr [1]. Поэтому, определение параметров процессов взаимной диффузии во время формирования, образовавшейся шероховатости границ слоев, необходимо для понимания связи микроструктуры с магнитными свойствами.

В представленной работе методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и микроанализа (МА) были подробно исследованы несколько гетероструктур на основе слоев Gd, Fe, Cr.

Гетероструктуры сформированы магнетронным распылением при температуре 300°K в установке MPS-4000-C6 (Ulvac). Для исследования образцов методами ПЭМ и МА были приготовлены поперечные сечения полученных структур с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) Ga^+ в электронно-ионном микроскопе HeliosNanoLab™ 600i (FEI, США). Исследование проводилось в просвечивающем растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, США) с ускоряющем напряжением 300 кэВ, с корректором сферической аберрации, анализатором характеристических потерь энергии электронов (EELS, Gatan, США) и энергодисперсионным рентгеновским (ЭДР) спектрометром. Элементное картирование проводили с помощью Super-X ЭРМ (Bruker, США) в просвечивающем/растровом электронном микроскопе S/TEM Tecnai Osiris (FEI, США) при ускоряющем напряжении 200 кэВ.

На рис.1а представлено светлопольное ПЭМ изображение поперечного сечения структуры [Fe(35Å)/Cr(60 Å)/Gd(50 Å)/Cr(60 Å)]$_{12}$ на подложке из монокристаллического Si. Кристаллическая структура слоев Gd – ГЦК, с ориентацией (111) в направлении, нормальном к плоскости слоев.

Кристаллическая структура слоев Cr и Fe – ОЦК, и, в следствии близости параметров решетки, слои формируются эпитаксиально (рис.1б). ЭРМ указывает на отсутствие сплошного слоя Cr в образцах с номинальной толщиной $t_{Cr} \leq 6$ Å, из-за диффузии Cr в слои Fe и Gd. В образцах с $t_{Cr} \geq 20$ Å формируется непрерывный слой Cr, причем в слоях с $t_{Cr}=60$ Å концентрация Cr в середине слоя Gd достигает 30%, а в слое Fe 20%.

Работа частично выполнена на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС-технологий НИЦ “Курчатовский институт” и ЦКП Института кристаллографии РАН.

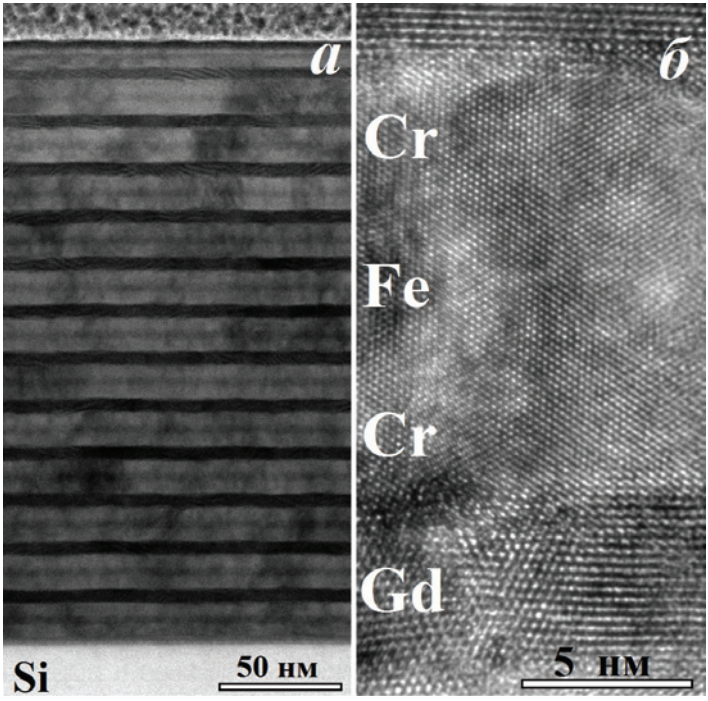


Рис. 1. а) светлопольное ПЭМ изображение многослойной структуры, б) ВРПЭМ изображение одного периода многослойной структуры.

1. *А.Б. Дровосеков, Н.М. Крейнес, А.О. Савицкий и др.,* ЖЭТФ, 2015, 147, 6, 1204-1219.

Исследования гетероструктур кремний-на–сапфире после ионной имплантации He^+ и отжига

Ю.М. Чесноков[1], А.Л. Васильев[1,2], П.А. Александров[1], С.Г. Шемардов[1].

[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

Одной из задач микроэлектронники является повышение радиационной стойкости устройств и, в частности сформированных на основе гетероструктур кремний-на-сапфире (КНС), известных наиболее радиационно стойких материалов. Дальнейшее повышение радиационной стойкости КНС способствует создание центров рекомбинации носителей заряда, в частности создание слоя наноразмерных пор в сапфире, образованных с помощью ионной имплантации гелия [1]. Слой пор, имея большую совокупную поверхность, уменьшает время жизни носителей заряда, генерируемых во время облучения работающего устройства, а это приводит к уменьшению заряда на границе раздела Si/α-Al_2O_3. В рамках этой задачи в настоящей работе исследовалась микроструктура КНС с нано- и микропорами после ионной имплантации He+ и отжига, в частности распределение пор по размерам и их концентрация в раных образцах, радиационные дефекты в Si

Имплантация ионов гелия энергией 75 кэВ проводилась в стандартные КНС-структуры с толщиной эпитаксиального слоя Si 300 нм. Образцы облучались дозами $(1.5–4)\cdot10^{16}$ $He^+/см^2$, близкими к дозам блистеринга. Последующие отжиги проводились при температурах 800°C и 1000°C. Для исследования образцов методами электронной микроскопии были приготовлены поперечные сечения полученных структур с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) Ga^+ в электронно-ионном микроскопе HeliosNanoLab™ 600i (FEI, США). Исследование проводилось в просвечивающем растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, США) с ускоряющем напряжением 300 кэВ, с корректором сферической аберрации и энергодисперсионным рентгеновским спектрометром.

Имплантация ионов He^+ приводит к формированию дефектов вида {311} в Si и разупорядочиванию верхних слоев (250 нм) **α**-Al_2O_3; поры отсутствуют. Последующий отжиг приводит к формированию пор в верхнем слое **α**-Al_2O_3; но исчезают радиационные дефекты в Si. На рис.1.а представлено светлопольное ПЭМ изображение попречного сечения КНС-структуры, после ионной имплантации He^+ (75 кэВ, $4\cdot10^{16}$ $He^+/см^2$) и последующего отжига при температуре 1000°C в течении 1 часа. Режим дефокусировки (дефокусировка -0.5 мкм) позволяет увеличить контраст на

границах пор, как показано на рис.1.б, что облегчает их визуализацию. Концентрация и размер пор зависят от глубины их залегания в **α**-Al_2O_3 (50 нм от границы Si/ **α**-Al_2O_3 на рис.1.в, 200 нм на рис.1.г). Поры диаметром менее 10 нм обладают сферической формой, а поры, размером более 10 нм фасетированные, ориентированны вдоль кристаллографических плоскостей **α**-Al_2O_3.

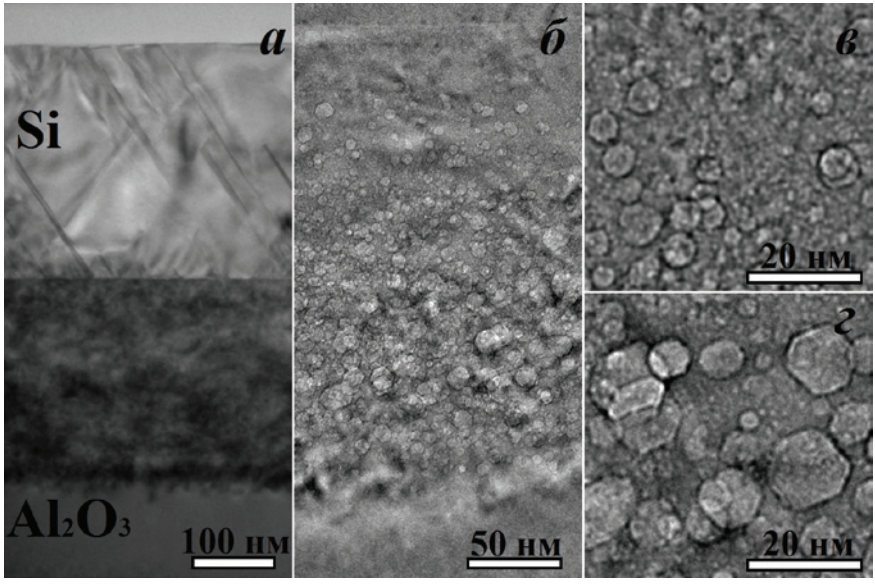


Рис. 1. Свелопольные ПЭМ изображение поперечного сечения КНС-структуры после отжига в течение 1 часа при 1000^0C: а) общий вид, б) изображение пористого слоя α-Al_2O_3, полученное с дефокусировкой 0.5 мкм, в) изображение пор, расположенных близко к границе Si/α-Al_2O_3, г) изображение пор в области с их наиболее высокой концентрацией.

Работа частично выполнена на оборудовании Ресурсного Центра Зондовой и Электронной Микроскопии (Курчатовский Комплекс НБИКС- технолгий, НИЦ “Курчатовский институт”).

1. *П.А. Александров , Н.Е. Белова, К.Д. Демаков, С.Г. Шемардов.* ФТП, 2015, 49, 1124-1128.

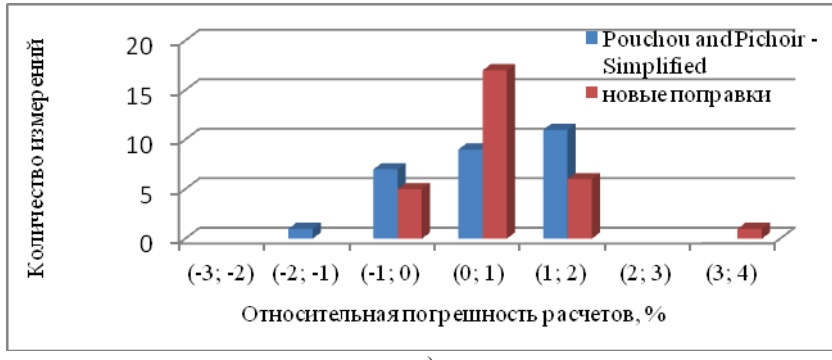
Оценка использования новых матричных поправок в КРСМА

Е.В.Широкова[1], М.А. Степович[2]

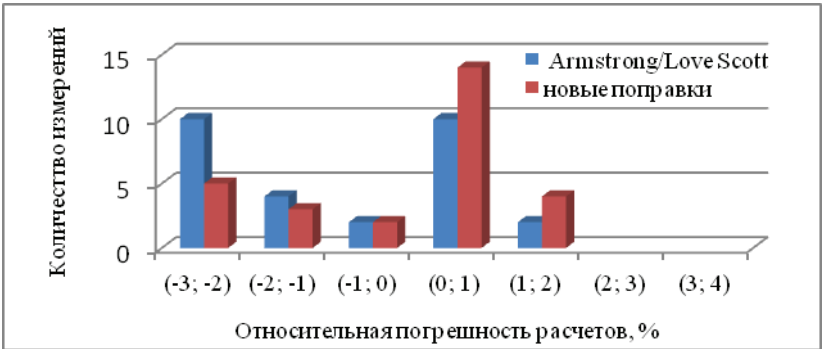
[1] Калужский филиал ФГОБУ ВО «Финансовый университет при Правительстве Российской Федерации»
[2] ФГБОУ ВПО «Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского», г. Калуга, Россия

Точность количественного рентгеноспектрального микроанализа (КРСМА) во многом определяется выбранной методикой расчета матричных поправок. Полученные разными авторами поправочные факторы не дают достаточную ясность их применения для различных составов.

В данной работе приводятся результаты количественной оценки новых методик расчета 2-х матричных поправок: на поглощение рентгеновского характеристического излучения (РХИ) и на обратное рассеяние электронов работы [1]. Поправка на торможение рассчитывалась тремя способами по методикам: Love-Scott II, Heinrich/Duncumb-Reed и Pouchou and Pichoir – Simplified с помощью программы для проведения коррекции измерений CITZAF [2]. Приведен массив результатов сравнения интенсивностей рентгеновского характеристического излучения различных методик для составов (Si-N, U-Fe, Cu-Ni, Au-Cu, Ti-B, Ta-B, W-C, Mo-B, Fe-N, Al-Fe, Fe-C, Al-B, U-C) с экспериментальными данными [3].



а)



б)

Рис. 1. Гистограмма ошибок для 29 случаев сравнения экспериментальных данных интенсивности РХИ с расчетными для составов U-Fe, Cu-Ni, Ti-B, Fe-C. Красным квадратом обозначены расчеты, в которых поправки на поглощение РХИ и на обратное рассеяние электронов рассчитаны по формулам работы [1]; поправка на торможение вычислялась с помощью методики а) Pouchou and Pichoir – Simplified. б) Armstrong/Love Scott. Синим квадратом обозначены измерения, в которых все три поправки получены с помощью методики а) Pouchou and Pichoir – Simplified, б) Armstrong/Love Scott.

Сравнение новых моделей поправок показало хорошие результаты соответствия расчетных и экспериментальных данных. Во многих случаях новые поправки (вместе с поправкой на торможение электронов в образце одной из выше представленных методик) дают один из лучших результатов достигнутой точности.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке работ, проводимых в рамках государственного задания Минобрнауки РФ (проект № 16-03-00515), а также РФФИ и правительства Калужской области (№ 14-42-03062).

1. Н. Н. Михеев, М. А. Степович, Е. В. Широкова Известия РАН. Серия физическая, 2012, 76 (9), 1086 - 1089.
2. http://n-i-s-t.software.informer.com
3. *J. L. Pouchou*, *F. Pichoir*. New York: Plenum Press, 1991, 31 – 75.

Изучение дефектов по глубине структуры SiC методом катодолюминесценции после ионной имплантации высокоэнергитичными ионами

В.А. Школдин[1,2], Д.Б. Шустов[1], Е.В. Калинина[1], М.В. Заморянская[1]

1 ФТИ им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия.
2. СПбПУ, г. Санкт-Петербург, Россия

Карбид кремния – перспективный материал для использования в силовой электронике. Кроме того, приборы на основе карбида кремния могут применяться в экстремальных условиях, например, в космосе. В связи с этим исследование результатов воздействия радиационного облучения, в том числе тяжелых ионов остается актуальным.

В данной работе были исследованы подложки карбида кремния методом локальной катодолюминесценции до и после облучения высокоэнергичными ионами. Подложка структурного политипа 6H-SiC облучалась ионами висмута с энергией 710 МэВ с флюенсом 1010 см-2. Максимальная глубина проникновения ионов висмута с такой энергией в SiC составляет 30 мкм.

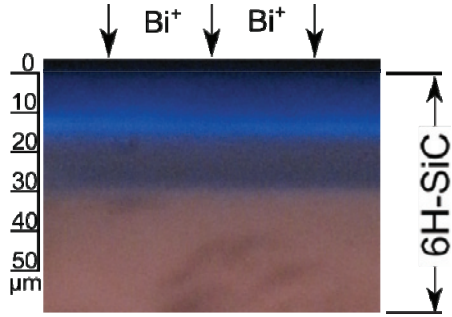


Рис.1. Катодолюминесценция скола подложки в широком электронном пучке.

При исследовании первоначально были получены катодолюминесцентные изображения образцов со сколов. В связи с тем, что метод катодолюминесценции обладает высокой чувствительностью к примесям и собственным дефектам, полученные изображения позволили наблюдать изменения интенсивности и спектрального состава имплантированного слоя и области вблизи него (Рис.1). На изображении видна область размером примерно 30мкм, совпадающая с глубиной проникновения ионов висмута (верхняя часть рисунка). Остальная часть образца имеет характерную для 6H-SiC красную люминесценцию. Следующим этапом исследования был получение спектров катодолюминесценции при сфокусированном электронном пучке. Была получена серия спектров катодолюминесценции с

шагом 7 мкм в направлении перпендикулярном поверхности образца. Спектры катодолюминесценции и катодолюминесцентные изображения были получены при температуре жидкого азота. На спектрах подложки карбида кремния наблюдается две широкие полосы с максимумами излучения 1,99 и 2,66 эВ, которые связаны с присутствием бора и алюминия [1]. В имплантированной области появляется дополнительная полоса с максимумом излучения 2,39 эВ. В связи с тем, что эта полоса наблюдается только в области торможения ионов висмута, можно утверждать, что она связана с образованием радиационных дефектов в 6H-SiC. Полученные спектры были обработаны в программе ORIGIN. Это позволило построить изменение интегральной интенсивности каждой полосы излучения от глубины (по сколу образца). На рис.2 приведена зависимость интенсивности полосы с максимумом излучения 2,39 эВ от глубины. Как видно из рисунка эта полоса наблюдается в спектрах излучения на глубине более 30 мкм (глубина проникновения ионов висмута) и исчезает на глубине около 53 мкм.

Этот результат демонстрирует образование точечных дефектов на глубине, превышающей толщину имплантированного слоя.

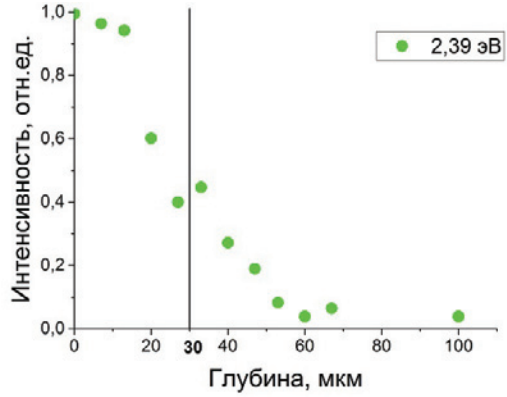


Рис. 2. График изменение интегральной интенсивности полосы катодолюминесценции (2,39 эВ) вызванной имплантацией от глубины в 6H-SiC

1. *A. Suzuki, H. Matsunami and T. Tanaka.* J. Electrochem. Soc. 1977, Volume 124, Issue 2, pp 241-246.

Исследование распределения структурных особенностей карбида кремния по объему методом катодолюминесценции

Д.Б. Шустов[1], М.В. Заморянская[1]

1 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, Россия

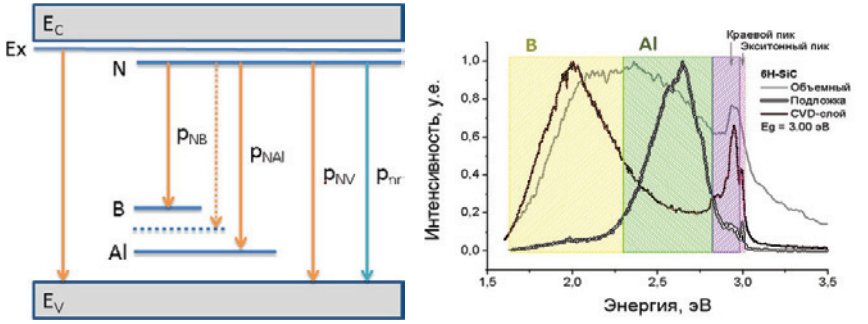
Карбид кремния (SiC) – перспективный материал для микроэлектроники. Ширина запрещенной зоны этого материала в зависимости от структурного политипа варьируется в пределах 2.36–3.33 эВ. При разработке новых приборов на основе карбида кремния требуются данные о структурных дефектах, присутствующие в карбиде кремния. К таким дефектам относятся нарушения упаковки, включения других структурных политипов, примеси. Методы исследования на основе оптических свойств материала (излучение и поглощение) очень чувствительны к такого рода дефектам.

В данной работе для возбуждения излучения использовался метод катодолюминесценции (КЛ), с энергиями электронного пучка 5-30 кэВ и поглощенными токами 1-100 нА при диаметре пучка от долей до 200 мкм. Этот метод использовался для получения изображений и спектров излучения. Он позволяет добиться латерального разрешения изображений до долей микрона, что очень важно при исследовании распределения неоднородностей на изучаемой поверхности. В связи с тем, что область генерации люминесценции зависит от энергии электронного пучка, этот метод позволяет производить измерение люминесценции с различной глубины (до нескольких микрон) без разрушения материала. Таким образом, КЛ является очень эффективным методом для исследования структурных дефектов в карбиде кремния.

В данной работе обсуждается модель излучательной рекомбинации карбида кремния, объясняющая полученные экспериментальные результаты. В спектрах КЛ карбида кремния кроме межзонных переходов наблюдаются широкие полосы излучения, связанные с примесями и точечными дефектами. Энергетические уровни, ответственные за излучательные переходы с энергиями, меньшими, чем ширина запрещенной зоны указаны на Рис.1а. Эта модель является общей для основных распространенных структурных политипов карбида кремния. На схеме показаны энергетические уровни, возникающие внутри зоны из-за примесей и дефектов, характерных для SiC. Излучательные переходы между этими уровнями обуславливают спектральное положение полос в спектрах катодолюминесценции. Основные примеси, которые присутствуют в карбиде кремния, это донорные примеси – атомы азота и акцепторные примеси – атомы алюминия и бора. Перерас-

пределение интенсивностей между полосами в спектре дет информацию о содержании этих примесей (Рис. 1б). Сдвиг всего спектра свидетельствует о включениях других политипов, за счет изменения ширины запрещенной зоны.

Спектры КЛ были исследованы в зависимости от структурного политипа образца, температуры, плотности возбуждения, содержания примесей. В связи с тем, что показанные на схеме процессы излучательной релаксации конкурируют между собой, изменения условий эксперимента приводит к перераспределению интенсивностей различных полос в спектре излучения одного и того же образца. Все полученные экспериментальные зависимости хорошо интерпретируются на основе предложенной модели расположения энергетических уровней внутри запрещенной зоны карбида кремния.



а б

Рис. 1. а) схема энергетических уровней и конкурирующих излучательных и безызлучательных переходов в карбиде кремния; б) В спектра для кристаллок карбида кремния различного качества можно выделить набор характерных спектральных полос.

Секция 3.
Методы электронной дифракции в исследовании материалов

Ближний порядок тонких пленок $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$

Э.Ш. Алекперов, С.А. Садраддинов, Э.С. Гараев

Бакинский государственной университет, AZ1148,
г. Баку, З. Халилов 23, Азербайджан

Полупроводниковые соединения $A^{III}B^{III}C_2^{VI}$ и твердые растворы на их основе в настоящее время считаются наиболее перспективными материалами в области оптоэлектроники [1]. Полупроводник $TlInTe_2$, входящий в указанную группу, принадлежит к цепочечным полупроводникам TlSe.

Наноразмерные аморфные пленки нами были получены методом термического испарения из танталовых подложек в вакуумной установке ВУП-5. Полученные пленки исследовались методом дифракции электронов высоких энергий в вакуумной установке ЭМР-102. Целью исследования является определение влияния химического элемента Sn на формирование ближнего порядка аморфных пленок $TlInTe_2$, кристаллизующихся в структуре с объемно центрированной тетрагональной (ОЦТ) решеткой, соответствующей группе симметрии $D_{4h}^{18}/(I4/mcm)$. Для получения пленок с равномерным распределением примесей следует учитывать величину коэффициента разделения вещества и изменение фаз при изменении условий формирования наноразмерных пленок $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$. Следует отметить, что использование функции радиального распределения атомов (ФРРА) играет существенную роль при исследовании структурных характеристик ближнего атомного порядка аморфных пленок. Она задает вероятность нахождения атомов, ориентированных в пространстве определенным образом на некотором расстоянии друг от друга, и позволяет установить число ближайших соседей вокруг того или иного атома. Пленки $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ (x=0.02÷0.09) толщиной 30 нм были получены испарением синтезированного вещества в вакууме ~10^{-5} Па. Осаждение нанотолщинных пленок производилось на подложки из свежих сколов KCl, KJ и целлулоида, находящихся при температуре ниже *T=223K*, со скоростью 6 нм/с. Для предотвращения окисления пленки $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ помещались в углеродную капсулу толщиной 2-4 нм. Интерпретация электронограммы с тремя диффузными кольцами от образцов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ соответствует значениям $S = 4\pi sin\theta/\lambda = 14.66$; 32.91; 40.68 $нм^{-1}$, т.е. на кривой интенсивности рассеяния электронов в зависимости от угла рассеяния наблюдаются три максимума. Кривые $J_э(S)$ получались в виде записи графика зависимости интенсивности от *S*, т.е. от угла рассеяния. Впоследствии, при анализе кривой радиального распределения атомов получены данные о значениях параметров ближних порядков $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ r_1= 0.292; r_2=0.381 и r_3=0.495 нм. Выявленное значение r_1 соответствует сумме ковалентных радиусов атомов In-Te,

значение r_2 - расстояниям между ионами Tl-Te, а третий максимум r_3, по нашему предположению, соответствует расстояниям между одноименными атомами. Изменения в значениях r, составляющие 2-4%, по всей вероятности, связаны с влиянием атома химического элемента олова [2]. Вычисленное по площадям под первым координационным максимумом координационное число (КЧ) соответствует n_1=4. Для КЧ, вычисленного по площадям под вторым координационным максимумом, должно получаться n_2=6, что указывает на октаэдрическое окружение атомов таллия ионами теллура. Однако, площадь второго пика КРРА дает завышенное значение КЧ, n_2=6.6. Это связано с увеличением интенсивности второго основного пика функций, который определяется взаимодействием атомов Tl-Te и влиянием атома Sn. С точки зрения химической связи элементов тройное соединение $TlInTe_2$ можно записать в следующем виде: $Tl^+(In^{3+}Te_2^{2-})^-$. Также следует отметить, что образуемые в этом соединении вдоль тетрагональной оси ***c*** отрицательно заряженные цепи Te_2^{2-}- In^{3+}- Te_2^{2-} состоят из ионов In^{3+} и их ближайшего тетраэдрического окружения, включающего четыре иона Te^{2-}. Вышеуказанные данные позволяют предположить, что в структуре пленок $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ основная матрица состоит из тетраэдрических и октаэдрических окружений атомов. А также установлено, что в наноразмерных слоях составов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$, находящихся в аморфном состоянии и кристаллизующихся в тетрагональных сингониях, определенная часть атомов таллия имеет окружение, состоящее из восьми атомов Te, и обладает плотной упаковкой структурных единиц. Обнаружено, что при больших значениях « x » реакция взаимодействия элемента Sn с соединением $TlInTe_2$ приводит к образованию твердых растворов замещения указанных химических составов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$.

1. *Ах.У. Мальсагов* и др. Обзор литературы по проводниковым соединениям типа $A^IB^{III}C_2^{IV}$, $TlB^{III}C_2^{IV}$. Нальчик: ЭЛЬ-ФА, 2007, 694с.

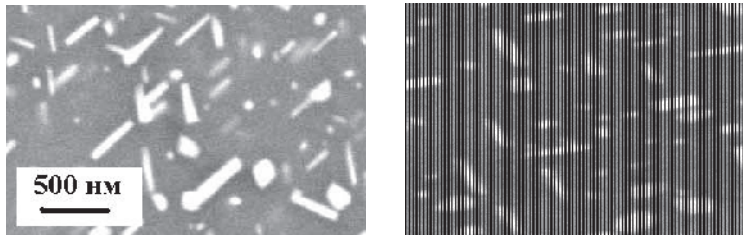
2. *Д.И. Исмаилов, М.Ф. Алиева, Э.Ш. Алекперов, Ф.И. Алиев*. ФТП, 2003, 37, 772-776.

Формирование наноразмерных включений Bi в быстрозатвердевших фольгах сплавов системы Sn-Bi

О.В. Гусакова

Международный государственный экологический институт им. А.Д.Сахарова Белорусского государственного университета, 220070, г. Минск, ул. Долгобродская, 23, Беларусь

В течение последних трех десятилетий огромные возможности в создании новых материалов с уникальными свойствами открыли методы сверхбыстрой закалки из расплава. Высокие скорости кристаллизации приводят к кардинальному изменению структуры и свойств материала, и позволяют получать продукцию в таком виде и форме, которые трудно достижимы традиционными способами (сразу в виде лент, порошка.) Ранее [1] впервые было обнаружено, что при скорости охлаждения расплава 10^5 К/с микроструктура быстрозатвердевших фольг сплава Sn – Bi, содержащих до 11 мас. % Bi, формируется по бездиффузионному механизму. Кристаллизация протекает с образованием крупных (50-200 мкм) зерен пересыщенного твердого раствора на основе Sn, а затем в результате распада пересыщенного твердого раствора выделяются наноразмерные тонкие пластины висмута. Их длина не превышает 500 нм, а толщина составляет 10…30 нм. В пределах одного зерна выделения висмута имеют выраженную взаимную ориентацию. На рисунке 1 показаны характерные участки поперечного сечения фольги Sn – 10,5 мас.% Bi, полученные с помощью СЭМ (LEO 1455 VP), в которых выделения висмута располагаются под углом ≈ 60 градусов (рис. 1а) и 90 градусов (рис. 1б).

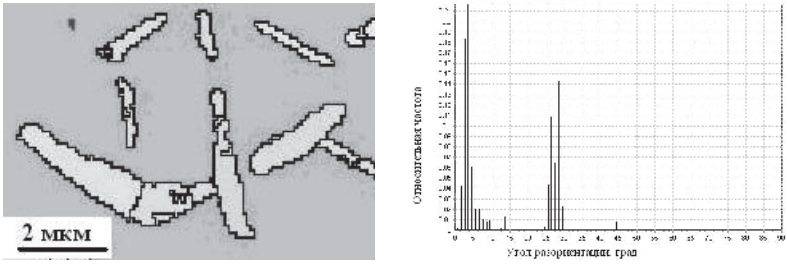


а) *б)*

Рис. 1. Изображения СЭМ (LEO 1455 VP) микроструктуры участков поперечного сечения фольги Sn – 10,5 мас.% Bi

Четко выраженная взаимная ориентация включений в пределах одного зерна наблюдается при когерентности границ включений и матрицы. Ис-

следования методом дифракции отраженных электронов ориентации включений, образовавшихся на поверхности фольги, позволили установить, что сопряжение фаз осуществляются по плоскостям (011)Sn||$(10\bar{1}2)$Bi и (100)Sn||$(10\bar{1}2)$Bi в направлениях [100]Sn||$[2\bar{2}01]$Bi. На рисунке 2 а представлен участок фольги сплава Sn – 8 ат.% Bi, в котором сопрягающиеся плоскости очерчены темными линиями. Разориентация плоскостей и направлений не превышает 5 градусов (рис. 2б).



а) *б)*

Рис. 2. Участок поверхности фольги Sn –Bi, полученные методом ДОЭ (HKL EBSD Premium System Channel 5) (а) и разориентация плоскостей (011) Sn и $(10\bar{1}2)$Bi (б)

Образование когерентных зародышей энергетически выгодно, поскольку обеспечивает минимум поверхностной энергии системы. Возможность сопряжения решеток олова и висмута обусловлена подобностью расположения атомов в когерентных плоскостях, а также близкими расстояниями между атомами в них. Плоскости $(10\bar{1}2)$ висмута является сдвоенной плоскостью. Каждый атом Bi связан ковалентными связями с тремя ближайшими соседями, находящимися на расстоянии 0,307 нм. Два из них лежат чуть ниже плоскости $(10\bar{1}2)$ в направлении $[2\bar{2}01]$ и один атом перпендикулярно к ней. В олове каждый атом имеет четырех ближайших соседей на расстоянии 0,301 нм в плоскости {100} в направлениях [100] и [010] . Преимущественный рост включений висмута в направлении $[2\bar{2}01]$, обусловленный действием ковалентных сил связей между его ближайшими атомами и приводит к образованию тонких пластинок. Пластинки растут в олове в направлениях [100] и [010] (т. е. под углом в 90 градусов) и лежат в плоскостях {011} Sn, угол между которыми составляет 57,1 градуса.

1. *В.Г. Шепелевич, О.В.Гусакова.* ФММ, 2009, Т.108, №3, 306-312.

Структура и свойства многослойных ВУФ фильтров

С.А. Гусев, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.А. Татарский, Н.Н. Цыбин

Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия

В докладе приведены результаты экспериментальных исследований воздействия долговременного отжига на структуру и свойства свободновисящих многослойных пленок из чередующихся слоев молибдена и силицида циркония, а также двух наружных защитных слоев различных материалов. Такие структуры предназначены для применения в качестве фильтров, прозрачных в экстремальном ультрафиолетовом (ЭУФ) диапазоне, и необходимы в различных физических экспериментах, а ультратонкие пленки (25–50 нм) могут применяться в ЭУФ-нанолитографе для спектральной фильтрации излучения и защиты оптических элементов от загрязнений.

Проблема термостойкости исследуемой пленочной структуры вызвана большими тепловыми и механическими нагрузками, которые должен выдерживать фильтр или защитный экран маски промышленного нанолитографа при сохранении стабильности оптических характеристик. Выбранная многослойная композиция обладает достаточной для применения исходной механической прочностью и сохраняет требуемые оптические параметры при долговременном тепловом воздействии, однако на стадии остывания пленка деформируется: возникающее при натяжении внутреннее напряжение достигает 400 МПа, что близко к пределу прочности на разрыв.

Экспериментальные образцы приготовлены по методике, применяемой при изготовлении свободновисящих ЭУФ-фильтров [1]. В работе токовым нагревом моделировали тепловое воздействие на фильтр излучения ЭУФ источника, и изучали структурные изменения, происходящие в процессе вакуумного (5×10^{-6} Па) температурного отжига.

На основании полученных фактов можно сделать предположения о механизме натяжения при остывании многослойных пленочных Mo/$ZrSi_2$-фильтров. Отжиг образцов производился при плотности поглощенной мощности q = 1.5 Вт/см^2 и температуре около 600ºС от нескольких часов до суток. По характеру структурных изменений и деформации после отжига исследованные образцы можно разделить на две группы. Многослойная структура (Mo-2.5нм, $ZrSi_2$-1.5нм)×11 с защитными от окисления наружными слоями $MoSi_2$ толщиной 3.3 нм (общая толщина пленки – 50 нм) и такая же Mo/$ZrSi_2$-структура с защитными слоями SiO_2 толщиной 8 нм натягиваются на стадии остывания При этом на электронограммах после отжига сохраняются кольца, соответствующие расстояниям Mo–Mo в структуре чистого молибдена (рис. 1, *а*, *б*). В дифракционной картине пленки с $MoSi_2$-покрытиями добавляются рефлексы, соответствующие раз-

личным фазам силицида молибдена: гексагональной фазе $MoSi_2$ и обедненным кремнием фазам Mo_5Si_3 и, возможно, Mo_3Si. По-видимому, присутствуют также рефлексы силицида циркония. На ПЭМ изображении пленок этой группы наблюдается укрупнение кристаллических зерен.

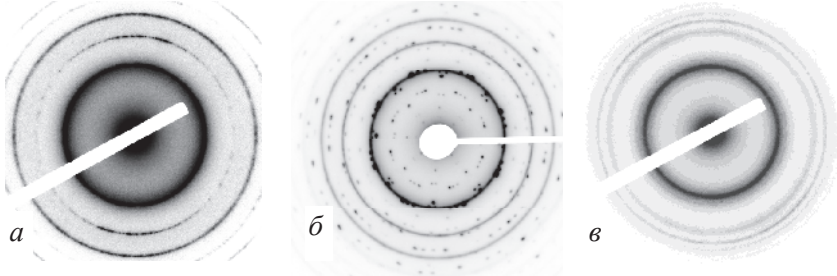


Рис. 1. Микродифракционная картина свободновисящих многослойных структур $Mo/ZrSi_2$, отожженных при $q = 1.5$ Вт/см^2: *а* – пленка с SiO_2-покрытием; *б* – пленка с $MoSi_2$-покрытием; *в* – пленка с Ru-покрытием.

У второй группы образцов (с Ru-покрытием и без него) пленки не натягиваются во время и после отжига; на микродифракционной картине после отжига наблюдаются размытые кольца, соответствующие несколько большим межплоскостным расстояниям, чем у Mo (рис. 1, *в*); размер кристаллитов уменьшается; микроанализ и прозрачность на длине волны 13.5 нм свидетельствуют о наличии значительного (~ 10%) содержания примеси углерода в пленке.

Приведенные данные указывают на возможную роль процессов кристаллизации, осаждения углерода на поверхности и последующей его диффузии вглубь пленки. При укрупнении кристаллических зерен уменьшается удельный объем материала – в результате, пленка, закрепленная по периметру отверстия, натягивается. Можно предположить, что диффузия атомов углерода (прежде всего по границам зерен) противодействует процессу уменьшения удельного объема, вызванного кристаллизацией, и натяжения пленки. В разделении структур на указанные группы (есть или нет натяжения пленки) определяющим фактором, по-видимому, является попадание примеси углерода в слои молибдена. В отсутствие защитной пленки или в случае Ru-покрытия углерод проникает беспрепятственно и, попадая в слои молибдена, деформирует решетку, увеличивая межплоскостные расстояния. Не исключено также образование карбидов молибдена и кремния, что требует дополнительных подтверждений.

Работа поддержана грантами РФФИ.

1. *N. I. Chkhalo, M. N. Drozdov, et al.,* J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS, 2012, 11, 021115 .

Дифракция отраженных электронов как метод исследования фазового состояния тонких сегнетоэлектрических пленок

Д.М. Долгинцев[1], В.П. Пронин[1], Е.Ю. Каптелов[2], С.В. Сенкевич[2]

1 Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена, 191186, г. Санкт-Петербург, набережная реки Мойки 48, Россия
2 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул. 26, Россия

Тонкие сегнетоэлектрические пленки твердых растворов цирконата-титаната свинца $Pb(Zr,Ti)O_3$, являются перспективными материалами для широкого круга устройств оксидной микроэлектроники. Пленки PZT были сформированы на подложках $Si/SiO_2/TiO_2/Pt$ методом ВЧ магнетронного осаждения по двухстадийной технологии – 1) осаждение при низкой температуре подложки, 2) отжиг на воздухе или в атмосфере паров оксида свинца при 540-650 ^oC. Состав керамической мишени (атомное соотношение Zr/Ti = 54/46) соответствовал области морфотропной фазовой границы (МФГ), разделяющей тетрагональную и ромбоэдрическую модификации сегнетоэлектрической фазы. Целью работы являлся поиск следов моноклинной фазы в области МФГ, с присутствием которой связывают аномально высокие электромеханические параметры у твердых растворов PZT [1-2].

Для «сканирования» области МФГ (тонкого варьирования состава пленок) изменялись температура отжига и рабочее давление газовой смеси $Ar+O_2$, которое варьировалось в диапазоне от 2 до 8 Па. Элементный и фазовый состав тонких пленок исследовался на растровом электронном микроскопе EVO-40, оснащенном энергодисперсионным анализатором и детектором обратно рассеянных электронов HKL NordlysNano. Показано, что 1) изменение давления рабочего газа приводило к варьированию состава Zr/Ti в пределах 2,5% (рис. 1). Предполагается, что подобное изменение состава пленок вызвано а) изменением условий термализации атомов мишени, б) более высокой адгезионной способностью титана и меньшими значениями окислительно-восстановительного потенциала для

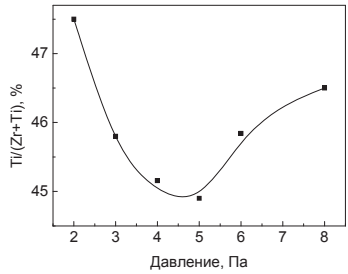


Рис. 1. Изменение соотношения атомов Ti/(Ti+Zr) при вариации давления рабочего газа.

ионов Ti^{4+}, чем для Zr^{4+}; 2) при комнатной температуре и выше в пленках наблюдалось сосуществование двух модификаций – моноклинной и тетрагональной, перовскитовой фазы, соотношение между которыми изменялось с изменением состава и температуры отжига. Повышение температуры отжига пленок приводило к уменьшению доли моноклинной фазы в пользу тетрагональной фазы (рис. 2). Предполагается, что увеличение температуры, при которой происходит кристаллизация фазы перовскита, способствует увеличению элементной неоднородности (атомов Zr и Ti) в объеме пленки и повышению устойчивости тетрагональной фазы.

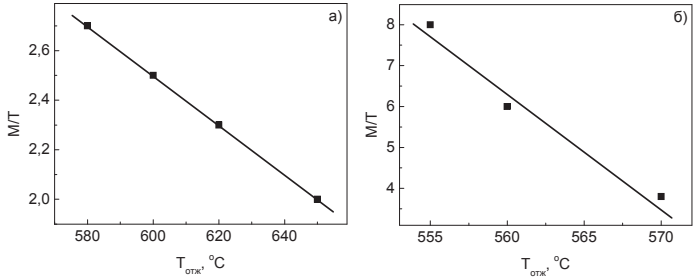


Рис. 2. Изменение соотношения моноклинной и тетрагональной (M/T) фаз в тонких пленках PZT с ростом температуры отжига: (а) отожженных на воздухе, толщина – 1000 нм, (б) отожженных в атмосфере паров PbO, толщина – 300 нм.

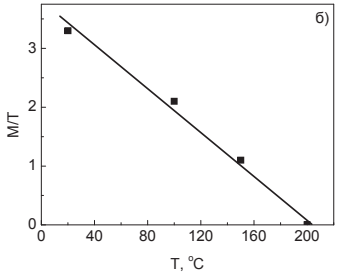


Рис. 3. Изменение соотношения моноклинной и тетрагональной фаз в тонкой пленке, осажденной при 8 Па с ростом температуры. Отжиг на воздухе при 600°C, толщина пленок – 1000 нм.

Увеличение температуры образцов приводило к монотонному уменьшению объема моноклинной фазы, что коррелирует с результатами, полученными с использованием рентгеноструктурного анализа высокого разрешения [3].

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований в рамках проекта № 16-29-05147-офи_м.

1. *B. Noheda, D.E. Cox, G. Shirane, J. A. Gonzalo, L.E. Cross, S.-E. Park*. Appl. Phys. Lett., 1999, 74 2059–2061.

2. *L. Yan, J. Li, H. Cao, D. Viehland*. Appl. Phys. Lett., 2006, 89, 262905.

3. *B. Noheda, D. E. Cox*. Phase Transitions, 2006, 79, 5-20.

Программное обеспечение для работы со сложными дифракционными картинами на примере двухфазных титановых сплавов

А.В. Заводов[1,2], Лукина Е.А[2]

1 «Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана», 2-я Бауманская ул., г. Москва, Россия
2 «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» ФГУП «ВИАМ» ГНЦ, ул. Радио, 17, г. Москва, Россия

С помощью расшифровки (индицирования) электронограмм, полученных на просвечивающем электронном микроскопе, могут решаться различные задачи, например:

- Определение типа решетки наблюдаемой фазы
- Ориентация выделений относительно матрицы
- Определение межплоскостных расстояний
- Разделение рефлексов от фаз, имеющих несколько кристаллографически эквивалентных ориентировок

Как правило, исследуемые кристаллические материалы имеют две и более фазовых составляющих, каждой из которых соответствует своя система рефлексов на электронограмме. При этом каждая фаза может иметь несколько эквивалентных положений относительно матричной фазы. Электронограммы от таких материалов получаются сложными и едва поддающимися ручным методам расшифровки [1,2].

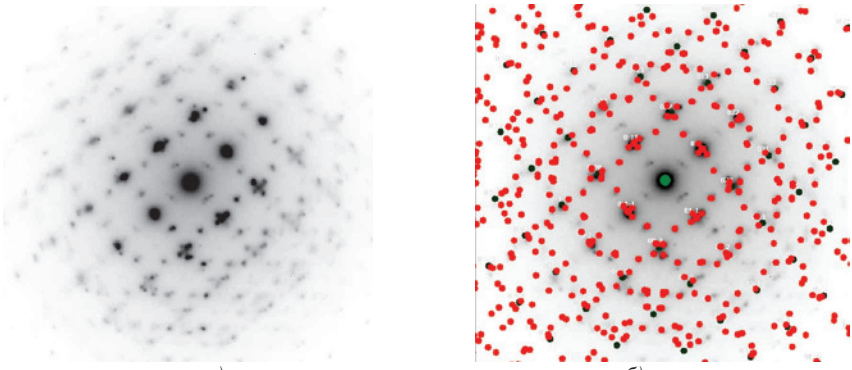
Для упрощения и ускорения решения задачи индицирования сложных электронограмм была написана программа, позволяющая моделировать дифракционные картины от кристаллов любых сингоний. Основным достоинством этой программы, отличающую её от других [3,4,5], является возможность строить дифракционные картины одновременно от двух и более фаз, связанных с матрицей ориентационными соотношениями. Каждая фаза может располагаться во всех возможных эквивалентных кристаллографических ориентировках. Пользователю необходимо лишь ввести параметры кристаллических решёток (периоды и углы) и указать ориентационные соотношения в общем виде. Далее программа рассчитает все возможные эквивалентные ориентации фаз и позволит пользователю работать с кристаллом в динамическом режиме.

Работа программы рассмотрена на примере двухфазных титановых сплавов.

Согласно ориентационным соотношениям Бюргерса для ОЦК→ГПУ превращения α фаза в титановых сплавах может располагаться в 12 эквивалентных положениях относительно исходного β зерна:

$$\{110\}\beta \parallel \{001\}\alpha \qquad <111>\beta \parallel <100>\alpha$$

По желанию пользователь может построить электронограмму, включающую одновременно 13 систем рефлексов (1 от β фазы + 12 от α фазы).



а) *б)*

Рис. 1. Дифракционные картины. Ось зоны [100] β а) экспериментальная, полученная с области β зерна с мелкодисперсной α фазой со всеми 12 ориентировками; б) построенная в программе (ближние к центральному незакрытые рефлексы относятся к рефлексам силицидов, присутствующих в материале).

Основной целью создания программы является возможность быстрой расшифровки электронограмм непосредственно во время эксперимента. Функционал программы позволяет: определять ось зоны по двум рефлексам, накладывать и совмещать моделируемую дифракционную картину с экспериментальной с отображением индексов Миллера, Кикучи-линий. Также имеется возможность наклона и вращения модели кристалла с привязкой к гониометру микроскопа.

1. *Ноткин А.Б., Утевский Л.М., Терентьева П.В., Усиков М.П.,* Анализ составных электронограмм от ОЦК и ГПУ фаз. Заводская лаборатория, 1973, т. 8, С. 970-975.

2. *Э.Р. Кутелия, Т.А. Дзиграшвили* Анализ электронограмм от двухфазных и двойниковых кристалло, Тбилиси: Интелекти, 2005

3. *T. A. Dzigrashvili* Computer simulation of electron diffraction patterns and stereographic projections Microscopy and Analysis, 2008, January, P. 5-7

4. What is Single Crystal? URL: http://www.crystalmaker.com/singlecrystal/whatis/index.html (дата обращения 21.02.2016)

5. *J.L. Labar et al.* Electron Diffraction Based Analysis of Phase Fractions and Texture in Nanocrystalline Thin Films, Part III: Application Examples Microscopy and Microanalysis, 2012, 18, P. 406-420

Измерение рельефа свободного графена методом электронной дифракции

Д.А. Кириленко

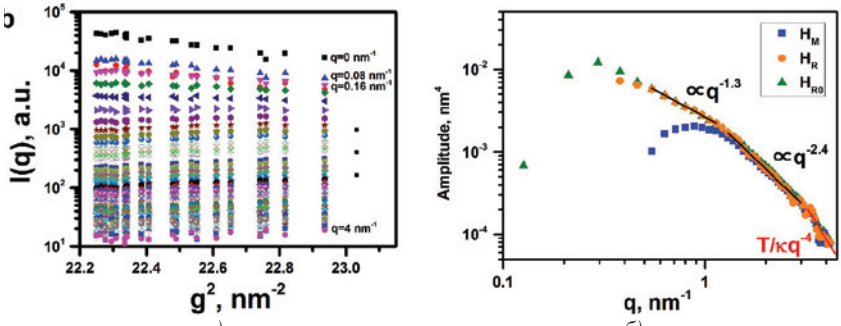
ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 26, Россия

Поверхность графена, не находящегося в тесном контакте с какой-либо подложкой, приобретает заметный рельеф [1]. Основной причиной этого являются тепловые колебания атомов решётки графена в поперечном направлении (изгибные фононы), амплитуда которых может достигать величин порядка межатомных расстояний [2]. Исследование рельефа именно свободного графена представляет особенный интерес, поскольку только в этом случае рельеф отражает собственные физические свойства материала. В то же время, именно свободный (подвешенный) графен является наиболее перспективным для применения в сфере электроники, поскольку демонстрирует рекордные показатели подвижности носителей заряда [3]. Если же лист графена расположен на подложке, то он либо повторяет профиль её поверхности [4], либо демонстрирует некоторое стационарное состояние, замороженное и, следовательно, в значительной степени искажённое взаимодействием с подложкой [5].

Однако, несмотря на важность этой задачи, знание в этой области характеризуется обилием теоретических работ и недостатком экспериментальных данных, которые бы могли подтвердить или опровергнуть различные теоретические предположения. Связано это с тем, что рельеф свободного графена практически неизмерим прямыми методами, такими как атомно-силовая или сканирующая туннельная микроскопии по причине высокой гибкости и подвижности сверхтонкого кристалла. Особенно это относится к динамической составляющей рельефа, обусловленной изгибными фононами.

В представляемой работе описывается разработанный метод измерения спектра поля поперечных смещений атомов решётки по данным электронной дифракции. Основным преимуществом использования электронной дифракции является также то, что в этом случае можно получить информацию о смещениях вызванных изгибными фононами в силу малого времени взаимодействия быстрых электронов в кристаллом. Данный метод основан на измерении изменения распределения интенсивности на картинах электронной дифракции при наклоне образца. Измеряется изменение интенсивности при наклоне на различных удалениях от центра дифракционного пятна, что соответствует различных волновым векторам спектра автокор-

реляционной функции рельефа (Рис. 1). Реальный профиль получается реконструкцией измеренного с учётом аппаратной функции прибора [6].



а) *б)*

Рис. 1. Измерение спектральных компонент рельефа свободного графена: а) изменение интенсивности I(q) на дифракционной картине при различных удалениях от центра дифракционного пятна (q); б) Измеренный профиль спектра рельефа H_M, полученный дифференцированием прямых, представленных на панели а), и реконструированные профили H_R и H_{R0}.

С помощью данного метода точно измерена среднеквадратичная амплитуда рельефа [7] и измерен профиль спектра изгибных фононов в достаточно широком диапазоне волновых векторов. На основе полученных экспериментальных данных определена изгибная жёсткость свободного графена [8] и определены степенные зависимости спектра в различных диапазонах волновых векторов. Установлено, что степенная зависимость в области малых волновых векторов существенно отличается от теоретически предсказанной, что может говорить о существенном влиянии носителей заряда на динамику изгибных фононов в графене.

1. *J.C. Meyer, A.K. Geim, M.I. Katsnelson, K.S. Novoselov, T.J. Booth, S. Roth.* Nature, 2007, 446, 60-63.
2. *A. Fasolino, J. H. Los, M. I. Katsnelson.*Nature Materials, 2007, 6, 858-861.
3. *A.S. Mayorov, D.C. Elias, I.S. Mukhin et al.* Nano Letters, 2012, 12, 4629-4634.
4. *C.H. Lui, L. Liu, K.F. Mak, G.W. Flynn, T.F. Heinz.*Nature, 2009, 462, 339-341.
5. *V. Geringer, M. Liebmann, T. Echtermeyer, S. Runte, M. Schmidt, R. Ruckamp, M. C. Lemme, M. Morgenstern.* Phys. Rev. Lett., 2009, 102, 076102.
6. *D.A. Kirilenko, P.N. Brunkov*. Ultramicroscopy, 2016 (принято к публикации)
7. *D.A. Kirilenko, A.T. Dideykin, G. Van Tendeloo.* Phys. Rev. B., 2011, 84, 235417.
8. *D.A. Kirilenko*. Technical Physics Letters, 2013, 39, 325–328.

Применение новых электронно-дифракционных методов в исследовании слоистых полупроводников

М.Г. Кязумов

Институт Физики НАН Азербайджана, Аз -1143, г. Баку, пр. Г. Джавида 33, Азербайджан

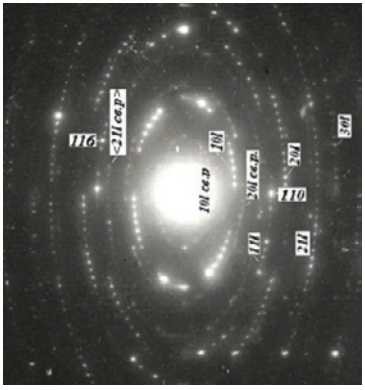
Электронограммы, полученные различными новыми схемами вращения, являются самым эффективным средством для диагностики политипов слоистых кристаллов и определения параметров решетки, симметрии и кристаллической структуры.

Маневренность кристаллодержателя электронографа по сравнению с возможностями гониометра электронного микроскопа гораздо выше и это позволяет при исследовании монокристаллической пленки произвести нужные наклоны и вращения кристаллодержателя, а также выполнить движения на различных направлениях, и в результате получить нужные и легко расшифровываемые сборы сечений обратной решетки, которые дают важную и исчерпывающую структурную информацию.

Благодаря этим возможностям электронографа были получены и расшифрованы целевые электронограммы от монокристаллических пленок (МП) большого количества слоистых полупроводников, таких как $CdInGaS_4$, $Fe_{0,25}Ga_{0,5}In_{1,25}S_3$, $CdInAlS_4$, GaSe, $Zn_{1,5}In_3Se_6$, $Zn_{2.28}In_{1,15}S_4$, и др., а также выведены структурные и тонкоструктурные результаты. Эксперимент проведен на высоковольтном электронографе ЭГ-400, а также ЭР–102М.

На **рис.1** показана электронограмма от $CdInAlS_4$, полученная вращением (во время экспозиции) МП вокруг оси($\omega = 40^0$), перпендикулярной плоскости пленки, которая заранее наклонена на угол $\varphi = 60^0$ от перпендикулярного положения к падающему электронному пучку [1]. Рефлексы, находящиеся на слабых эллипсах (первый, третий, четвертый, седьмой, восьмой и др.) относятся только к сверхструктуре (сверхрешетке). А второй, пятый, шестой, девятый и др. сильные эллипсы относятся как к основной структуре(решетке), так и к сверхструктуре, но первый из них сильнее, а второй очень слабо рассеивают электроны.

Определены параметры основной кристаллической решетки $CdInAlS_4$: a = 3,867Å, c = 24,652Å, пр.гр. $P6_3mc$, а также параметр сверхрешетки: $A_{св.р.} = \sqrt{3}\,a$ в базисной плоскости основной решетки.



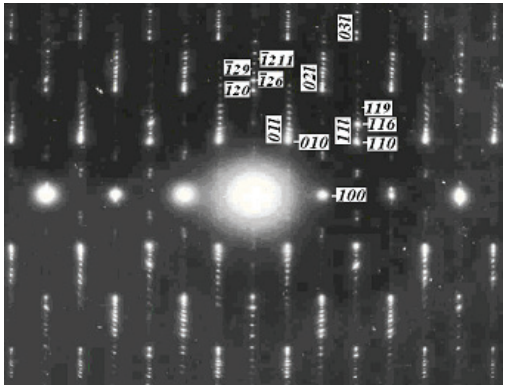


Рис.1. Электронограмма $CdInAlS_4$. **Рис.2.** Электронограмма $CdInGaS_4$.

На **рис.2** показана электронограмма $CdInGaS_4$, полученная вращением МП вокруг оси a^* обратной решетки на угол $\varphi = 70^0$, перпендикулярно расположенной к электронному пучку. Определены параметры основной кристаллической решетки и сверхрешетки [2].

На электронограммах (**рис.1,2**) от монокристаллических пленок 2H политипов $CdInAlS_4$ и $CdInGaS_4$, в сериях *hh2hl* и *h-k=3n*, слабо видны рефлексы со значением *l* # 2n (например, *115* и *117*), которые должны были погашаться под действием операции 6_3. Установлено, что позиции металлов, определенные операцией 6_3, по составам не идентичны.

Использование описанной методики съемки электронограмм монокристаллов существенно расширяет возможности применения электронографического метода для структурной диагностики вещества, изучения политипного состава различных соединений, выявления и определения их тонких структурных особенностей.

1. *Б.Б.Звягин, А.П.Жухлистов, М.Г.Кязумов, А.М. Фоминенков* . Электронограммы вращения монокристалла. Кристаллография, (1990), 35, №3, 602-609.

2. *М. Г. Кязумов*. Новые схемы получения электронограмм гексагональных и моноклинных кристаллов. Кристаллография, (2014), 59**,** 549-555.

Катионно-упорядоченная структура и ионная проводимость тисонитовых кристаллов $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$

В.И. Николайчик[1], Б.П. Соболев[2], Н.И. Сорокин[2], А.С. Авилов[2]

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

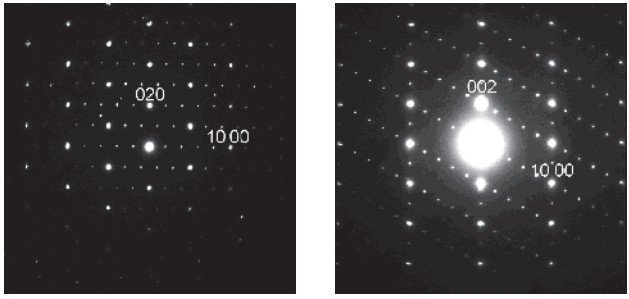
Нестехиометрические фазы $R_{1-y}M_yF_{3-y}$ (R = La – Lu, Y; M = Ca, Sr, Ba) со структурой типа тисонита (LaF_3) привлекают особое внимание из-за рекордно высоких значений ионной проводимости по ионам фтора. В связи с этим характер фазовых соотношений в системах RF_3-MF_2 в области составов богатых редкоземельными элементами и структура существующих в них фторидов была предметом постоянного интереса. Недавнее изучение [1] фазовых соотношений и структуры фторидов в системах RF_3-CaF_2 с R = Ho, Er, Tm, Yb, Lu в области тисонитовых фаз выявило наноструктурированное состояние образцов, состоящих из тисонитовой матрицы и тонких пластинок фазы со структурой на основе $R_{0.7}M_{0.3}F_{2.7}$.

В данной работе проведено электронно-дифракционное исследование кристаллов $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$ и построена модель кристаллической ячейки этой фазы. На основании картин электронной дифракции, полученных в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000FX, и профилей порошковой рентгеновской дифракции установлено, что структурная ячейка $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$ является моноклинной с параметрами a_m=19.792 Å, b_m=6.702 Å, c_m=7.952 Å, β=119º44'. Наличие сверхструктурных отражений в дополнении к основным отражениям ячейки тисонита (рис.1) указывает на ее упорядоченную структуру. Анализ законов погасания дифракционных отражений на картинах электронной дифракции выявил принадлежность ячейки к трем возможным пространственным группам C2, Cm, C2/m, из которых только в рамках группы C2 реализуется состояние с полным катионным упорядочением.

Сопоставлением расчетных картин электронной дифракции с экспериментальными определены позиции ионов эрбия и кальция в ячейке $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$, что в свою очередь позволило установить позиции окружающих их ионов фтора (рис.2). Сверхячейку можно представить в виде сочленения структурных блоков, сформированных из ионов кальция с окружающими ионами фтора, и тисонитовых блоков из ионов эрбия и фтора. Ионы кальция группируются в металл-фторидных плоскостях (001) (эквивалентных таким же плоскостям в решетке тисонита) в полоски шириной в три иона. Полоски ориентированы вдоль направления [010] моноклинной

ячейки. Относительное расположение полосок кальция в соседних металл-фторидных плоскостях сдвинуто друг относительно друга, что и приводит к наблюдаемой моноклинной симметрии структуры упорядоченной фазы $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$.

Предложенная модель с полным катионным упорядочением указывает на отсутствие вакансий химической природы в упорядоченной фазе $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$, что объясняет ее очень слабую фтор-ионную проводимость, обусловленную лишь термическими вакансиями.



а) *б)*

Рис. 1. Картины электронной дифракции частицы упорядоченной фазы в $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$ в зонах [001] (а) и [010] (б). Обозначения зон и отражений даны в единицах моноклинной ячейки.

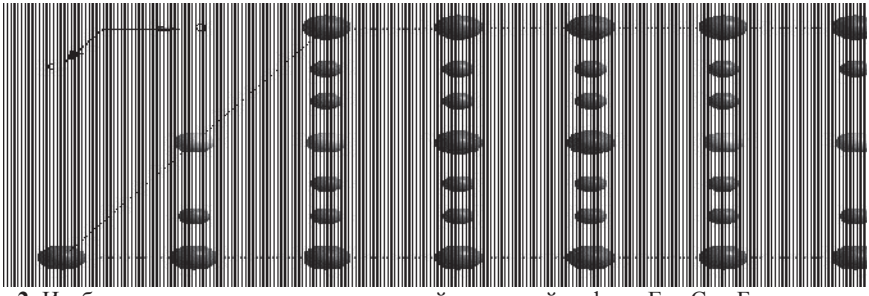


Рис. 2. Изображение проекции упорядоченной сверхячейки фазы $Er_{0.7}Ca_{0.3}F_{2.7}$ вдоль направления [010].

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ №14-03-00178.

1. *В.И. Николайчик, Б.П. Соболев, М.А. Запорожец, А.С. Авилов.* Изв. РАН. Сер. физ., 2015, 79, 1514-1518.

Электронно-дифракционное исследование оксидов системы Eu-Ba-Cu-O

В.И. Николайчик[1], Л.А. Клинкова[2]

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

Система Eu-Ba-Cu-O содержит высокотемпературный сверхпроводящий оксид $EuBa_2Cu_3O_{6+\delta}$ (Eu-*123*), являющийся кристаллохимическим аналогом известного оксида $YBa_2Cu_3O_{6+\delta}$ (Y-*123*). Оксиды этой системы привлекают внимание в связи с выяснением влияния размера ионного радиуса редкоземельного элемента (Y^{3+} - 0.93 Å, Eu^{3+} - 1.03 Å) на структуру и сверхпроводящие свойств.

В данной работе проведено электронно-дифракционное исследование образцов $Eu_{0.01-0.03}Ba_xCu_{1-x}O_y$ (x=0.03-0.41) в сочетании с одновременным измерением катионного состава методом рентгеновского энергодисперсионного микроанализа в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000FX. Образцы отжигались на воздухе при температуре 915-1110°C (0.5-1 ч) и дополнительно в атмосфере кислорода ($P(O_2)$=101 кПа, 450°C, 5 ч). Для электронно-микроскопического исследования образцы измельчались в ступке, и готовилась суспензия, содержащая частицы микронных размеров, которая наносилась на тонкую углеродную пленку.

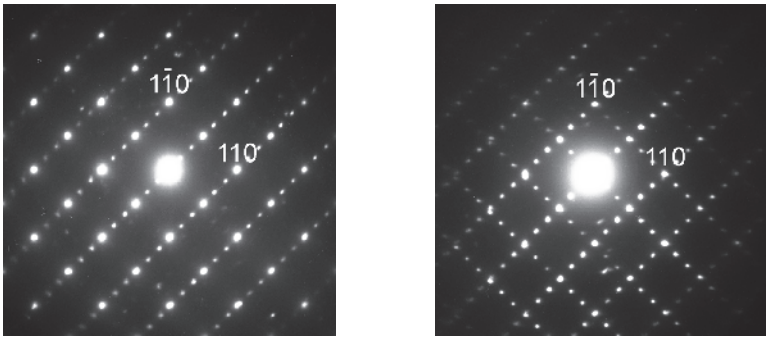
Исследование фазового состава выявило, что образцы из дискретного поля кристаллизации оксидов $Ba_mCu_{m+n}O_y$ (60-70 мол.% CuO, x=0.3-0.4) и из псевдоэвтектической области (70-80 мол.% CuO, x=0.2-0.3) системы Ba-Cu-O, отожженные на воздухе, состоят из четырех фаз: Eu-*123*, $BaCuO_2$, $BaCu_2O_2$ и CuO. Образцы из области кристаллизации $CuO-Cu_2O$ (80-100 мол.% CuO, x=0-0.2), отожженные на воздухе, состоят из пяти фаз: Eu-*123*, $BaCu_2O_2$, Eu_2CuO_4, CuO и Cu_2O. После кислородного отжига фаза $BaCu_2O_2$ исчезает. Кислородный отжиг также обуславливает структурный переход тетра→орто фазы Eu-*123*. Орто- и тетра-фазы Eu-*123* характеризуются значительным отклонением катионного состава от стехиометрического соотношения Eu:Ba:Cu=1:2:3.

В исследованных образцах отсутствуют сверхструктуры фазы Eu-*123*, связанные с кислорододефицитным состоянием. Такие сверхструктуры с векторами $\boldsymbol{q}$=1/2[100] и 1/3[100] были обнаружены нами ранее [1] в частицах фазы Y-*123* в образцах, отожженных в кислороде при температурах 450-800°C, а также в некоторых образцах, закаленных от высокой температуры. Другая особенность структуры Eu-*123* в отличие от Y-*123* заключает-

ся в большой доле частиц содержащих сращенные домены фазы Eu-*123* с перпендикулярно ориентированным направлением [001] (рис.)

В образцах $Eu_{0.01}Ba_{0.3}Cu_{0.7}O_y$ и $Eu_{0.016}Ba_{0.25}Cu_{0.75}O_y$ обнаружены частицы двух новых оксидов системы Ba-Cu-O состава (Ba:Cu) ≈ 4:3 и 5:3, которые не синтезировались при отжигах смесей BaO_2 и CuO [2]. На дифракционных картинах этих оксидов присутствуют сверхструктурные отражения, что указывает на их упорядоченную структуру.

В качестве примесной в образцах с x=0.03-0.10 обнаружена фаза с преимущественным содержанием европия и меди. Частицы этой фазы демонстрируют широкий диапазон катионного состава, который можно представить в виде $Eu_{2-x}Ba_xCuO_y$ и $Eu_{3-x}Ba_xCu_2O_y$. Вид картин электронной дифракции от таких частиц показывает, что их структура формируется на основе ячейки фазы Eu_2CuO_4, содержащей сдвоенные плоскости европия и одинарные плоскости меди.



а) *б)*

Рис. Картины электронной дифракции частиц оксида Eu-*123,* когда только одно (а) или два (б) направления [001] лежат в плоскости дифракционной картины.

1. *Л.А. Клинкова, В.И. Николайчик., Н.В. Барковский, А.Ф. Шевчун, В.К. Федотов*. Журнал неорганической химии, 2012, 57, 1278-1291.

2. *L.A. Klinkova, V.I. Nikolaichik, N.V. Barkovskii, V.K. Fedotov.* Physica C, 2010, 470, 2067-2071.

Электронная структура фторидов BaF_2 и LaF_3 по данным электронной дифракции

В.В. Новикова, Г.Г. Лепешов, А.С. Авилов

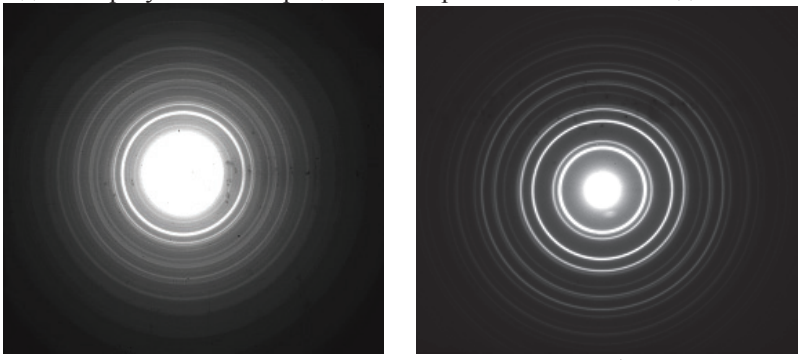
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова Российской академии наук (ИК РАН) г. Москва, Ленинский проспект, д. 59

Изучение нестехиометрических кристаллов фторидов в связи с их гетерогенным строением на нанометровом уровне является актуальной задачей, связанной с возможностью получения кристаллов с определёнными физическими свойствами. На данном этапе, были проведены исследования электростатического потенциала и химической связи крайних членов системы $La_xBa_{1-x}F_{2+x}$ (x= 0,0 и 1,0).

Поликристаллические образцы LaF_3 получались путём дробления монокристаллов. Электронограммы (рис. 1а) образцов без следов предпочтительной ориентации были отсняты на изображающие пластинки в электронографе ЭМР-102 при ускоряющем напряжении 100 кВт. С помощью установки Ditabis изображения были оцифрованы и проиндицированы. Интенсивности 20 колец, содержащие 670 симметрично независимых рефлексов, электронограмм от LaF_3 были измерены до $\sin\theta/\lambda \approx 0.90 Å^{-1}$. Предварительный анализ интенсивностей образцов LaF_3 показал, что полученные таким образом поликристаллы имеют «большую» ячейку a=b=7.183Å, c=7.35Å, $\alpha=\beta=90^0$, $\gamma=120^0$. Пространственная группа P-3c1. Уточнение модельных параметров проводилось с помощью программы Астра [1]. На первом этапе обработки экспериментальных данных по средне- и дальнеугловым рефлексам были уточнены шкальный фактор и параметры тепловых колебаний атомов в изотропном приближении, обнаруженные эффекты первичной экстинкции были учтены с помощью поправки по Блэкману. Были получены следующие результаты: LaF_3 (по рефлексам с $\sin\theta/\lambda > 0.61 Å^{-1}$): $B_{La}=0.573(9)Å^2$, $B_{F1}=1.949(6)Å^2$, $B_{F2}=1.082(7)Å^2$, $B_{F3}=1.3217(9)Å^2$. После чего были уточнены параметры каппа-модели. Полученные данные (эффективный заряд трёхвалентного лантана 2.21 е) показывают, что химическая связь в LaF_3 имеет более сложный характер, чем чисто ионный. Сферическое расширение фторов имеет существенное расхождение (от 1 до 10%) в зависимости от позиции аниона. Существенного изменения размеров катионов обнаружено не было.

Тонкопленочные поликристаллические образцы BaF_2 приготовлены напылением кусочков монокристалла из вольфрамовой корзиночки в вакууме на угольную плёнку, также нанесённую на медную сеточку, в вакууме ~ 10^{-5} Торр. Высококачественные поликристаллические образцы без следов пред-

почтительной ориентации кристалликов получались при расстоянии ~ 10 см подложки от испарителя. При этом подложки помещались непосредственно на основание внутри вакуумного колпака. Напыление осуществлялось в вакуумной установке ВУП-5 на подложки при комнатной температуре и не сопровождалось каким-либо последующим отжигом образцов. Интенсивности 23 колец (рис. 1б), содержащих 57 симметрично независимых рефлекса, были измерены до $\sin\theta\lambda \approx 0.96$ A^{-1} со статистической точностью не хуже ~1%. Приведение к абсолютной шкале и уточнение изотропных температурных параметров B проводилось по независимым отражениям с $\sin\theta\lambda > 0.75$ A^{-1} с помощью программы Астра. Полученные значения $B(Ba) = 0.541(23)$ A^2 и $B(F) = 0.909$ (48) A^2 хорошо подтверждаются результатами прецизионных рентгеновских исследований.



а б

Рис. 1 Электронограммы от LaF_3 (а) и BaF_2 (б)

Далее в рамках каппа-модели модели уточнены сферическая деформация внешних электронных оболочек атомов бария и фтора и их заселённость. Значение переноса заряда (1.38 е) при образовании химической связи свидетельствует о ее преимущественно ионном характере. Так же наблюдается расширение анионов (7%) и сжатие катионов (4%).

Аналитическим методом по программам, использующим уточненные параметры каппа-модели, построены распределения электростатического потенциала, электронной плотности и Лапласинана электронной плотности и проведён их топологический анализ. Полученные данные должны позволить перейти к анализу особенностей формирования промежуточных соединений в системе $La_xBa_{1-x}F_{2+x}$ В частности, обоснована возможность помещения дополнительных атомов фтора при формировании нестехиометрических фторидов с редко-земельными элементами.

Работа поддержана грантом РФФИ № 14-03-00178.

Использованная литература.

1. *Дудка А. П.*, Кристаллография, (2002) **47**, 163.

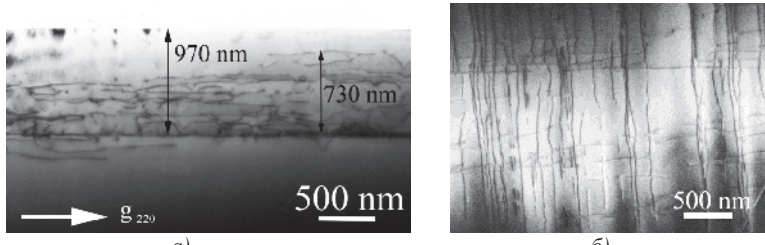
Исследование механизмов релаксации напряжений в метаморфных слоях $In_xGa_{1-x}As$ методом ПЭМ

А.А. Ситникова, Д.А. Кириленко, Г.В. Климко, С.В. Сорокин, И.В. Седова, С.В. Иванов

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26, Россия

Последние достижения в области технологии роста полупроводниковых структур сделали возможным получение активной области с очень низкой, ранее недостижимой, концентрацией дефектов. Метод использования метаморфных буферных слоев (МБС) ограничивает распространение дислокаций в верхние объемы структур. В данной работе изучалась серия образцов, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) по технологии получения на подложках GaAs(001) МБС $In_xGa_{1-x}As$ с линейным профилем изменения состава [1]. По имеющимся данным [2] полной релаксации напряжений к поверхности не происходит. Для выяснения механизмов, действующих в слоях с постепенно изменяющейся концентрацией In, в исследованной серии образцов, варьировались содержание индия в изначальном слое и толщина градиентного слоя.

Ряд публикаций, основанных на анализе карт обратного пространства, полученных методом рентгеновской дифракции, дает представление о распределении напряжений в этих слоях [3]. Более детально это можно сделать с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). На рис.1 приведен пример изображения поперечного сечения образца с метаморфным слоем $In_xGa_{1-x}As/GaAs$, где содержание индия меняется от 0.05 в начале до 0.383 в конце слоя МБС.



а) *б)*

Рис. 1. ПЭМ изображения в геометрии поперечного сечения структуры МБС с линейным профилем изменения состава (а) и плоскость эффективного сброса напряжений путем возникновения дислокационной сетки(б).

Изучая изображения поперечных сечений образцов было замечено, что некоторые горизонтальные плоскости внутри МБС имеют более интенсив-

ный контраст, выделяющийся на общем фоне изображения остальных дислокаций. Планарные сечения этих образцов имеют локальные области с плотной дислокационной сеткой (рис.1б), что приводит к выводу о ступенчатом характере релаксации напряжений. Это подтверждается профилированием параметров решётки по глубине с помощью картин электронной дифракции (ЭД). По данным картинам измерялись локальные параметры элементарной ячейки и были построены профили изменения параметров несоответствия решёток $m_{\perp}$ и $m_{\parallel}$ по глубине (m-профили) (рис. 2). Данные m-профили наглядно иллюстрируют увеличение параметра решётки с ростом содержания индия, а также вариации релаксации напряжений.

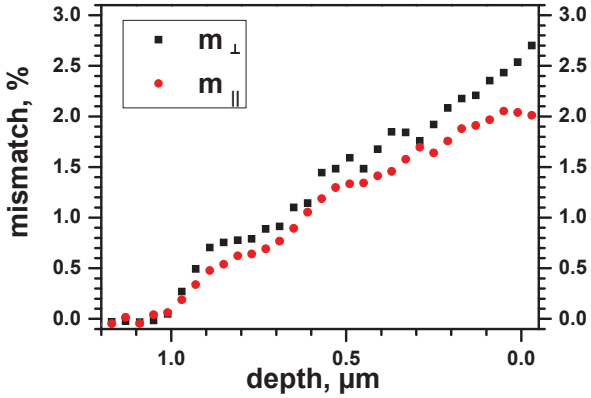


Рис. 2. Профили изменения несоответствия параметров решётки по глубине выращенной структуры.

Таким образом, изучение поперечных сечений серии образцов показало, что дефектный слой МБС состоит из горизонтальных плоскостей поразному заполненный дислокациями, среди которых есть плоскости эффективного сброса напряжений путем создания геометрической сетки из дислокаций, что говорит о ступенчатом характере релаксации напряжений. При этом вблизи поверхности (~1μm) не наблюдается протяженных дефектов, однако на планарных изображениях присутствуют равно-великие домены черно-белого контраста вытянутые вдоль направления [110], которые могут заключать в себе слабый разворот.

1. *I. Tangring, S.M. Wang, X.R.Zhu, A. Larsson, Z.H. Lai, M. Sadeghi*. Applied Physics Letters, 2007, 90, 071904.

2. *J. Tersoff*. Applied Physics Letters, 1993, 86, 693.

3. *D. Lee, M.S. Park, Z. Tang, H. Luo, R. Beresford, C.R. Wie*. Journal of Applied Physics, 2007, 101, 063523.

Эффект размерного квантования коэффициента отражения пучка электронов, падающего на тонкую монокристаллическую пленку, с учетом среднего внутреннего потенциала последней

С.М. Шкорняков

Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН,119333, г. Москва, Россия

В работе [1] теоретически предсказан эффект размерного квантования коэффициентов прохождения и отражения электронов, падающих под малым углом скольжения на тонкую монокристаллическую пленку на подложке. Были выведены аналитические формулы, описывающие зависимость коэффициентов прохождения $T(\alpha)$ и отражения $R(\alpha)$ от угла скольжения α при различных значениях входящих в модель процесса параметров, таких как энергия электронов, число отражающих плоскостей в пленке, отражающая способность отдельной плоскости и т.д. Было предложено два способа экспериментального наблюдения эффекта.

В настоящем докладе модель процесса более приближена к реальности. В частности, учитывается средний внутренний потенциал при моделировании потенциала пленки. Выведены аналитические выражения с учетом этого изменения и проведены численные расчеты по ним. Приведена графическая иллюстрация расчетов. Обсуждены детали возможного экспериментального наблюдения эффекта.

1. С.М. Шкорняков. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.,2013, № 2, 99-107.

Секция 4.
Растровая электронная микроскопия

Механизм изменении оптических свойств светоизлучающих структур InGaN/GaN при облучении электронным пучком в РЭМ

П.С. Вергелес, Е.Б. Якимов

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

В последнее время было проведено большое число исследований влияния облучения низкоэнергетичным электронным пучком в РЭМ на оптические свойства светоизлучающих структур. Однако, интерпретация полученных результатов сильно различаются.

Например, наблюдаемый сдвиг спектра КЛ в синюю область в результате облучения электронным пучком объяснялся стимулированной электронным пучком диффузией In или уменьшением влияния квантово-размерного эффекта Штарка из-за перезарядки доноров или акцепторов. Тем не менее, ни одна из этих моделей полностью не описывает наблюдаемые результаты. В рамках этих моделей остаются не объяснены либо возрастание интенсивности излучения, либо сохранение эффекта. Однако, нами было показано, что сдвиг происходит вследствие появления в результате воздействия электронного пучка, новой линии КЛ, смещенной в синюю область относительно исходной.

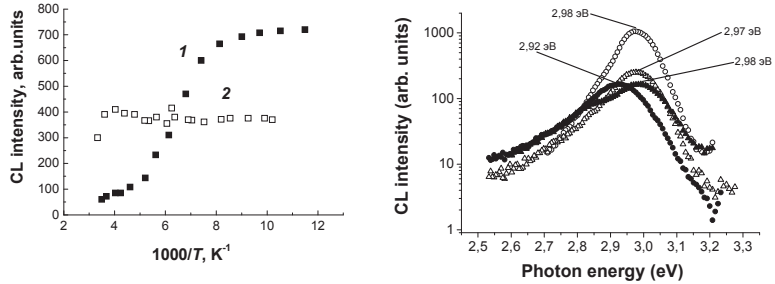
Для получения дополнительной информации о процессах, происходящих при облучении электронным пучком, были проведены измерения при разных температурах – от температуры жидкого азота до комнатной. В ходе этих измерений были получены зависимости интенсивностей от температуры как для исходной линии КЛ, так и для линии, появляющейся в результате облучения. Эти зависимости представлены на **Рис. 1а**. Аппроксимация температурной зависимости интенсивности исходной линии КЛ (**Рис. 1а**, кривая 1) выражением $[1+A\exp\Delta E/k_{\mathrm{B}}T)]$, где k_{B} — постоянная Больцмана, T — температура, дает для величины ΔE, связанной с барьером для локализованных носителей заряда, значение порядка 100 мВ. Интенсивность исходной линии излучения в облученных структурах качественно не отличалась от зависимости до облучения. Температурная зависимость интенсивности новой линии КЛ во всех исследованных структурах была значительно слабее (**Рис. 1а**, кривая 2), чем в необлученных структурах. На основании этого можно сделать вывод об увеличении высоты этого барьера при облучении, особенно для новой линии излучения

Таким образом, облучение электронами с энергией от нескольких единиц до 10 кэВ приводит к изменению потенциального рельефа в КЯ. При

этом высота барьера для локализованных носителей заряда увеличивается и также увеличивается энергия излучения.

Если предположить, что возрастание энергии излучения связано с формированием областей с более низкой концентрацией In, подобных квантовым точкам, не очень понятно, почему повышается степень локализации и почему интенсивность свечения из этих областей такая высокая, поскольку неравновесные носители заряда должны уходить из этих областей и сложно объяснить формирование вокруг них барьеров.

Для прояснения этого противоречия были проведены сравнительные измерения влияния облучения на планарные светоизлучающие структуры и на структуры с наностолбиками. Эти измерения показали, что спектр КЛ на планарных структурах после облучения заметно смещался в синюю область и совпадал со спектром КЛ наностолбиков после облучения. При этом спектр КЛ наностолбиков в результате облучения практически не смещался в синюю область. Известно, что в наностолбиках происходит частичная релаксация напряжений в области квантовых ям. Таким образом, можно предположить, что в результате облучения слабоэнегетичным электронным пучком в РЭМ происходит частичная релаксация напряжения в активной области, что должно приводить к уменьшению квантово-размерного эффекта Штарка и, как следствие возрастание энергии и интенсивности излучения КЛ.



а) *б)*

Рис. 1. а) Температурные зависимости интенсивности исходной линии КЛ (кривая 1) и новой линии КЛ КЯ (кривая 2); б) Спектры КЛ МКЯ для планарных структур (кружки) и наностолбиков (треугольники) до (закрашенные фигуры) и после продолжительного LEEBI (пустые фигуры).

Исследование методом РЭМ морфологии гетерогенной сульфокатионообменной мембраны при сорбции алкилароматической аминокислоты

Е.А. Голева, В.И. Васильева, М.М. Нажим

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

Транспортные и распределительные свойства ионообменных мембран определяются их структурными характеристиками. Представления о степени и масштабе неоднородности ионообменных материалов даёт визуализация микроскопическими методами. Задача данной работы – РЭМ-анализ изменения состояния поверхности и объема сульфокатионообменной мембраны после контакта с аминокислотой.

В качестве объектов исследования использовали гетерогенную сульфокатионообменную мембрану МК-40 с геометрически неоднородной (профилированной) поверхностью. Микроструктуру мембран исследовали методом РЭМ на микроскопе JSM-6380 LV (Япония) с регулируемым давлением в камере с исследуемым образцом, что позволило исследовать в низковакуумном режиме поверхность и срез мембран в рабочем набухшем состоянии [1]. Для получения количественной информации о величинах пористости и доли ионообменных участков был использован авторский программный комплекс, в котором реализованы методы цифровой обработки электронно-микроскопических фотографий ионообменных мембран [2].

РЭМ-анализ поверхности исходного образца мембраны показал, что большая часть поверхности экранирована инертным связующим – полиэтиленом, а доля ионообменника и пористости составляет 31,3±0,06% и 8,0±0,2% соответственно. Процесс сорбции фенилаланина сопровождается уплотнением структуры профилированной мембраны, которое проявляется в уменьшении как высоты, так и радиуса элементов профиля поверхности (рис. 1). После контакта с аминокислотой средневзвешенное значение высоты профиля мембраны уменьшалось от 704,6 мкм до 616,4 мкм, при этом радиус элемента профиля уменьшился от 763,8 мкм до 650,3 мкм. Уплотнение структуры мембраны проявляется также в уменьшении как количества, так и размеров макропор на поверхности и в её объеме. Общая пористость поверхностного слоя и сечения мембраны в набухшем состоянии после контакта с фенилаланином уменьшается в 4 и 3 раза, соответственно. Анализ гистограммы распределения пор по эффективным радиусам (рис. 2) показывает, что при сорбции фенилаланина гетерогенной мембраной про-

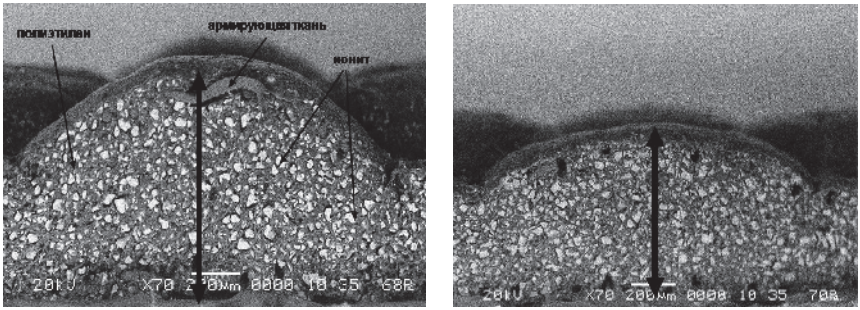
исходит уменьшение количества и размеров пор как в нано-, так и в макродиапазонах.

Для фенилаланина известна способность к ассоциации в водном растворе за счет водородных, дисперсионных связей и межплоскостного π-π взаимодействия (стэкинг-взаимодействия) ароматических колец [3]. В растворе внутрипорового пространства сульфокатионообменной мембраны представляется вероятным образование сложных компактных ассоциативных структур, снижающих её гидратацию и вызывающих уплотнение структуры.

1. *Васильева В.И., Голева Е.А.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 6. С. 45.

2. *Сирота Е.А., Кранина Н.А., Васильева В.И., Малыхин М.Д., Селеменев В.Ф.* // Вестник ВГУ. Серия: Химия, Биология, Фармация. 2011. № 2. С. 53.

3. *Котова Д.Л., Селеменев В.Ф., Крысанова Т.А., Зяблов А.Н.* // Журн. физ. химии. 1998. Т. 72.№ 9. С. 1676.



а) *б)*

Рис. 1. РЭМ-изображения сечения профилированной мембраны МК-40 в набухшем состоянии до (а) и после (б) контакта с раствором фенилаланина в течение 600 ч.

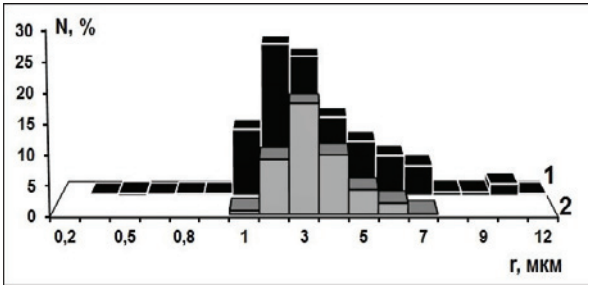


Рис. 2. Гистограммы распределения пор по эффективным радиусам на поверхности профилированной мембраны МК-40 до (1) и после (2) контакта с фенилаланином в течение 600 ч.

Особенности структурообразования монокристаллов KY_3F_{10}, активированных ионами иттербия переменной валентности, обнаруживаемые при исследовании в РЭМ

Л.И. Девяткова, В.Б. Тверской

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Ленинские горы, д.1

В докладе приведены исследования изменений в структуре монокристаллов фторидов KY_3F_{10}, активированных двух- и трехвалентными ионами иттербия в рамках изучения возможности лазерного применения легированных РЗИ кристаллов [1-3]. Исследуемые кристаллы подвергались технологическому режиму температурного и временного отжига в условиях глубокого вакуума.

Целью работы являлось установление возможности формирования в кристалле устойчивой контролируемой структуры при проявлении ионами иттербия заданной валентности. Исследования структуры образцов проводились на приборе CAMECA методом растровой электронной микроскопии, позволяющим идентифицировать нарушения сплошности от 200 Å. Результаты кристаллографических исследований сопоставлялись с данными УФ и ВУФ спектроскопии.

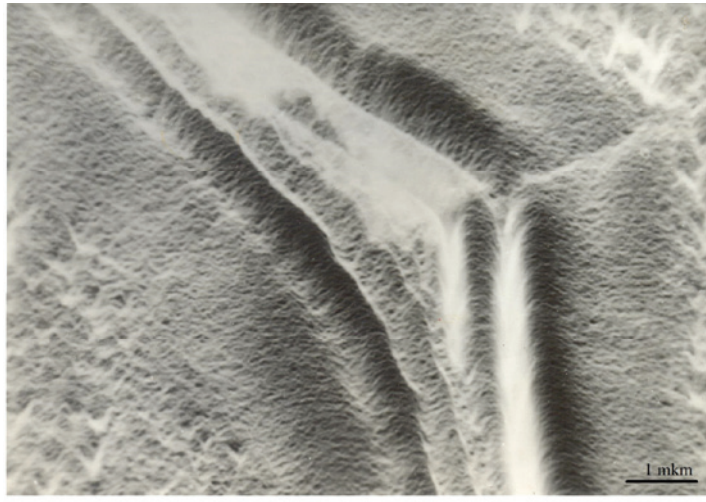


Рис. 1. Оптически активная область с повышенным содержанием примеси, сформировавшаяся у границ трех винтовых дислокаций.

Поскольку исследуемая широкозонная фторидная матрица имеет незначительное собственное поглощение, и поскольку коротковолновые спектры излучения ионов примеси проявляют особую чувствительность как к нарушениям сплошности, так и симметрии, изучаемые в работе процессы кристаллизационной самоорганизации четко фиксировались через наблюдаемую в РЭМ топографию краевых и винтовых дислокаций на фазовой плоскости и плоскостях скольжения, а также перемещение дислокаций из одной плоскости в другую с образованием локальных энергетических центров(Рис. 1). Такие образования относятся к устойчивым равновесным автоволновым структурам, определяющим элементарные возбуждения основного состояния кристалла. Картина самоорганизации в результате запуска автоволнового процесса приводит к возникновению регулируемой симметрии фторидного монокристалла, в котором изменяется электромагнитное поле окружения редкоземельной примеси, определяющее люминесцентные свойства кристалла.

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.

Исследование границы раздела кремниевый электрод-электролит в литий-ионных аккумуляторах

Т.Г. Дмитриева[1], П.Р. Казанский[1], М.В. Захаркин[2], К.Дж. Стивенсон[2]

1 ООО «Системы для Микроскопии и Анализа», г. Москва, РФ
2 Сколковский Институт Науки и Технологий, г. Москва, РФ

Первые коммерчески успешные литий-ионные аккумуляторы (ЛИА) были выпущены компанией Sony в начале 1990ых с использованием графитового анода [1] и этилен карбоната (EC) в качестве сорастворителя, что увеличило срок службы аккумулятора благодаря образованию устойчивого граничного слоя (Solid Electrolyte Interface, SEI) на поверхности графита, сдерживающего расход лития и деградацию структуры анода.

Кремний является перспективным анодным материалом ЛИА за счёт теоретической ёмкости, в 10 раз превышающей ёмкость графита. Причинами, сдерживающими повсеместное использование аккумуляторов с кремниевыми анодами, являются (1) увеличение объёма при литировании кремния вплоть до 300%, что уменьшает их срок службы, и (2) нестабильность поверхностного слоя на границе электрод/электролит.

Целью данной работы являлось исследование морфологии и элементного состава на границе слоя электрод/электролит, поскольку постоянное разложение электролита на электроде с образованием SEI является ключевым аспектом, обуславливающим потерю ёмкости кремниевых анодов.

В рамках представленной работы были собраны полуячейки на основе подложек из кристаллического кремния с 3 нм оксидным слоем и боросиликатного сепаратора, пропитанного электролитом на основе 1M $LiPF_6$ в растворе EC и диметил карбоната (DMC) 1:1 по весу. Визуализацию слоя SEI проводили с помощью растрового электронного микроскопа Helios NanoLab 660 и просвечивающего электронного микроскопа Tecnai F20 FEG с возможностью энерго-дисперсионного анализа.

На рисунке 1 показано, что SEI после хранения ячейки в течение недели без приложения потенциала имеет очень неровную поверхность и неоднородную толщину от 80 до 250 нм. В то время как после циклической вольтамперометрии при 0,2 мВ/с в течение 4 циклов поверхность SEI становится гладкой с четко различимыми несколькими слоями. Для точного определения толщин выявленных слоев и выявление разницы между ними по структуре и элементному составу, образец после циклирования анализировался методом просвечивающей электронной микроскопии. Исходя из данных электронной дифракции, все слои SEI были квазиаморфными с размером кристаллитов порядка 2-3 нм.

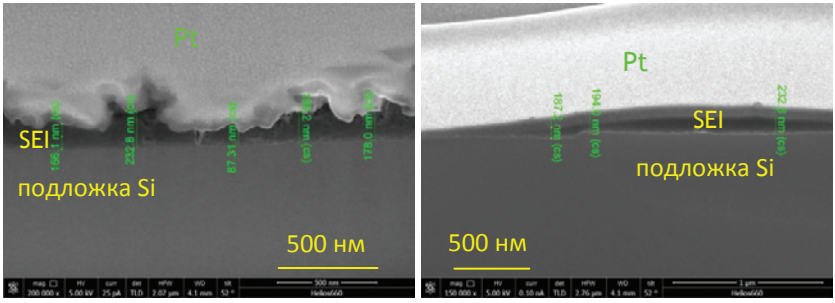


Рис.1. a) РЭМ изображение SEI, образовавшегося на электроде в течение недели без воздействия потенциала. b) РЭМ изображение SEI, образованного с помощью циклической вольтамперометрии.

Элементный состав слоев SEI был проанализирован методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX). Было установлено, что элементный состав изменяется по толщине слоя SEI. Содержание кремния и кислорода доминирует в слое, расположенном ближе к подложке, что согласуется с результатами времяпролётной ВИМС. По данным [2] максимумы концентрации масс-ионов, соответствующих соединениям Li_xSiO_y и LiO_x, находятся вблизи границы раздела электрод/электролит. Считается [3, 4], что SEI вдали от поверхности электрода состоит как из органических, так и неорганических (LiF, $P_xO_yF_z$) веществ. Полученные нами данные, свидетельствующие об увеличенном содержании углерода, фтора и кислорода в верхнем слое SEI, поддерживают данную точку зрения.

В результате проведенных исследований с использованием методов электронной микроскопии впервые продемонстрирована морфология SEI на кремнии и получены данные по составу SEI, согласующиеся с результатами смежных методов исследования.

1. *K. Ozawa*. Solid State Ionics, 1994, 69, 212-221

2. *K.W. Schroder, A.G. Dylla, S.J. Harris, L.J. Webb, K.J. Stevenson.* ACS Appl. Mater. Interfaces, 2014, 6 (23), 21510–21524

3. *E. Peled, D. Golodnitsky, and G. Ardel.* J. Electrochem. Soc., 1997, 8 (144), 208-210

4. *K.W. Schroder, J.A. Thomas, A. Yersak, J. Li, N. Dudney, L.J. Webb, Y.S. Meng, K.J. Stevenson*. Chem. Mater., 2015, 27, 5531−5542

Катодолюминесценция наногетероструктур

М.В. Заморянская[1], Е.В. Иванова[1], М.Б. Караваев[1], Я.В. Кузнецова[1]
Д.Б. Шустов[1], В.А. Школдин[1], А. Чегодаев[1]

1 Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе ,
194021, г. Санкт-Петербург, Политехническая 26, Россия

Основным преимуществом метода по сравнению с фотолюминесценцией является возможность изменять область генерации электронно-дырочных пар в зависимости от энергии первичного электронного пучка. При изменении энергии электронов от 1 до 30 кэВ область генерации носителей заряда меняется от нанометров до нескольких микрон. В связи с тем, что наногетероструктуры, как правило, имеют толщину меньше нескольких микрон, а дизайн структур таков, что создается направленная диффузия носителей заряда от барьерных слоев к наноразмерному слою, метод катодолюминесценции можно использовать для исследования транспортных свойств наноструктуры в целом. Метод основан на измерении интенсивности полос катодолюминесценции от энергии первичного электронного пучка. Поученные зависимости позволяют на количественном уровне оценить транспортные свойства, как отдельных слоев структуры, так и структуры в целом.

Еще одним важным свойством метода катодолюминесценции является возможность менять плотность мощности возбуждения объектов исследования в широких приделах (на несколько порядком), как в условиях непрерывного облучения образца, так и в импульсном режиме. Эта техническая возможность метода позволяет исследовать особенности структуры наноразмерных слоев. Поведение полос излучения, связанных с квантовыми ямами и квантовыми точками в зависимости от плотности мощности возбуждения различны. Неравномерность состава и толщины квантоворазмерного слоя также могут быть определены по характеру изменения зависимости полосы излучения от мощности возбуждения. В структурах на основе нитридов на характер зависимости спектрального положения полосы излучения и ее полуширину также могут влиять пьезополя. Предложена методика оценки величины пьезополей по зависимости спектров катодолюминесценции от плотности тока электронного пучка.

Кроме того, возможность совмещения метода локальной катодолюминесценции с другими методами растровой электронной микроскопии, в том числе рентгеноспектральным микроанализом позволяет оценить глубину залегания наноразмерного слоя, его состав и толщину.

Этот метод применялся при исследовании структур на основе A2B5, A3B5, SiC и структур на основе нитридных соединений InAlGaN

Сканирующая электронная микроскопия в исследованиях твердотельных приборов силовой электроники

В.А. Злобин

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

Как и в области микроэлектроники методы сканирующей электронной микроскопии в силовой электронике используются для исследования процессов в твердотельных приборах, параметров материалов при разработке, контроле технологических процессов, анализе дефектов и других целей. Наиболее широко применяются режимы вторичных электронов, в том числе в динамике, методы наведенного тока, рентгеновский микроанализ.

Исследование топологии и рельефа поверхности в режиме вторичных электронов как правило проводится в стандартных условиях. Режим отраженных электронов удобно использовать для определения высоты рельефа и толщин покрытий на поверхности полупроводниковой структуры по длине отбрасываемой ими тени.

Стробоскопический режим работы электронного микроскопа широко используется для исследований быстропротекающих процессов в микрообъектах [1]. Для наблюдения быстропротекающих процессов в относительно медленных силовых приборах требуется небольшая рабочая частота, составляющая нередко всего десятки герц, что приводит к проблемам получения изображения в сканирующих системах. Используемый нами метод амплитудного детектирования видеосигнала, позволяет регистрировать быстропротекающие процессы в структурах мощных полупроводниковых приборов с субмикросекундным временным разрешением при частотах повторения 10 Гц - 1 кГц [2].

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. Нами рассмотрены возможности метода наведенного тока при исследовании полупроводниковых приборов большой мощности 100 кВт – 10 МВт. Особенностями конструкции 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 имеют глубокий рельеф поверхности.

Для полупроводниковых структур биполярных приборов мощной электроники одними из основных параметров являются глубины залегания *p-n* переходов. Использование предложенного нами подхода позволило до-

стигнуть точности определения глубины залегания *p-n* переходов в высоковольтных (до 8 кВ) кремниевых структурах лучше 2 мкм [3]. 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.

Диффузионная длина носителей заряда в базовых областях мощных приборов может достигать 100 мкм и более. 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]. При измерении диффузионных длин в *n*-базе мощных тиристоров полезно удалить анодный *p*-эмиттер. Это удваивает эффективную толщину *n*-базы, что позволяет упростить определение диффузионной длины.

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 [5] или коэффициенты усиления транзисторных ячеек.

Использование метода рентгеновского микроанализа по большей мере традиционно. Несмотря на относительно низкую чувствительность метода при определенных условиях о составе посторонних примесей в кремниевых пластинах можно судить по анализу структурных дефектов, декорированных примесями в процессе диффузии или с помощью специальных термообработок. Несколько нестандартная задача была решена по удалению заметного фона от меди, содержащейся в деталях электронно-оптической системы, при анализе небольших концентраций меди в алюминиевой металлизации методом энергодисперсионного микроанализа. Предложенная нами схема анализа позволила анализировать медь в слоях металлизации с точностью лучше 10% при концентрациях 3-5% [6].

1. *Г.В.Спивак и др.* Известия АН СССР, сер. физическая, **32**, 1968, №7, с. 1098.
2. *В.А.Злобин, У.В.Костышева.* Известия АН СССР, сер. физическая, **51**, 1987, №3, с. 454-457.
3. *В.А.Злобин*. РЭМ-2009, тез. докл., с. 176.
4. *В.А.Злобин, З.И.Кафенгауз.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2001, №8, с. 84-88.
5. *В.А.Злобин, У.В.Костышева.* Известия АН СССР, сер. физическая, **54**, 1990, №2, с. 297-299.
6. *О.И.Бономорский, В.А.Злобин, К.С.Медведев.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2004, №7, с. 27-30.

Потенциальные изображения сегнетоэлектрических доменных структур, созданных электронным лучом в кристаллах ниобата лития

Л.С. Коханчик[1], Р.В. Гайнутдинов[2]

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
2 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия

Кристаллы ниобата лития (НЛ) с периодическими доменными структурами (ПС) представляют большой интерес для реализации нелинейного преобразования частоты оптического излучения. Наиболее распространенным методом формирования ПС в НЛ является полевой метод - переключение спонтанной поляризации (Ps) под действием электрического поля, приложенного к системе структурированных электродов на поверхности кристалла. Для решения некоторых задач, особенно, в интегральной оптике, развивается метод прямого электронно-лучевого облучения НЛ - запись ПС электронным лучом, позволяющая получить ПС с периодами вплоть до субмикронного масштаба .

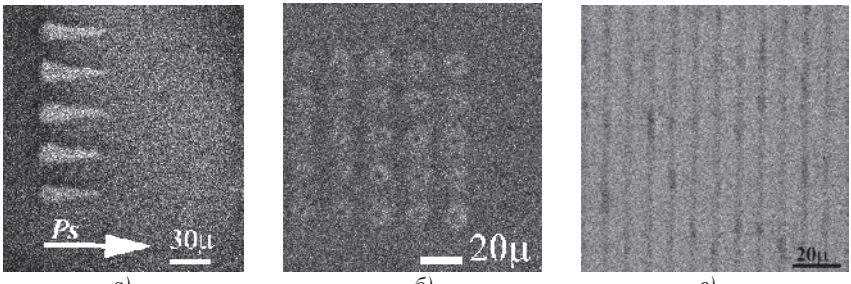
Селективное химическое травление - наиболее распространенный и достоверный способ контроля и исследования ПС, но является деструктивным и потому не всегда удобным. Из не деструктивных методов для НЛ подходят: микроскопия пьезоотклика (PFM), рентгеновская топография, SHG-микроскопия [1].

В данном сообщении предлагается осуществлять экспресс-контроль произведенной записи доменов электронным лучом с помощью низковольтной SEM-микроскопии. Одними из первых SEM-микроскопию для изучения сегнетоэлектрических доменов использовали в [2,3]. Возможность применения низковольтной SEM-микроскопии к доменным структурам, созданным электронным лучом обсуждается впервые.

Электрические поля, возникающие при облучении и зарядке поверхности диэлектрических кристаллов НЛ, переключают спонтанную поляризацию. Инициируемые облучением заряды участвуют в процессах компенсации поляризационных зарядов доменных зародышей и зарядов на формирующихся в процессе роста доменных стенках. В зоне облучения на поверхности диэлектрика создается отрицательный потенциал порядка нескольких киловольт. Чем выше используемое рабочее напряжение микроскопа, тем выше значение потенциала [4]. Созданный электронным лучом потенциал поверхности искажает изображение и влияет на эмиссию электронов из поверхностного слоя, изменяя энергию подлетающих первичных электронов. По общепринятой терминологии [5], существует четыре вида

потенциального контраста. Потенциальный контраст I и II типа связан с вышеописанными явлениями. Контраст, собственно, сегнетоэлектрических доменов - IV тип, он связан с сегнетоэлектрической природой доменов, их спонтанной поляризацией и другими особенностями сегнетоэлектрика. Природа этого типа контраста до сих пор находится в стадии обсуждений. Контраст III-типа зависит от тангенциальных электрических полей на поверхности и может дополнять IV тип.

В работе используются подходы, позволяющие максимально снизить влияние потенциального контраста I и II типа, и получать изображения связанные с возникновением сегнетоэлектрической доменной структуры и сопутствующего ей шлейфа электрических зарядов. На рис. 1 представлено несколько изображений разных видов ПС, которые создавались путем прямого электронно-лучевого облучения полярных срезов (Ps ⊥ поверхности) и неполярных (Ps ∥ поверхности) срезов кристалла НЛ. Потенциальные изображения ПС сопоставляются с изображениями, полученными на этих структурах другими методами: оптическими после их химического травления и с использованием PFM. Обсуждается природа наблюдаемого контраста, делается вывод о полезности предлагаемого метода визуализации доменных структур после из записи электронным лучом. Метод позволяет быстро контролировать качество записи и исследовать особенности записываемых электронным лучом доменных структур.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Потенциальные изображения доменных структур в НЛ, записанных в JSM-840A: а) серия одиночных доменов на неполярном срезе; б) одиночные домены на полярном срезе; в) ПС записанная электронным лучом на полярном срезе.

1. *E. Soergel*, Appl. Phys. , 2005, B 81, 729-752.
2. *R. Le Bihan*, Ferroelectrics, 1989, V.**97**, 19-46.
3. *.A.A.Sogr*, Ferroelectrics 1989. V.**97**, 47-57.
4. *Э.И. Рау, Е.Н.Евстафьева, М.В. Андриянов,* ФТТ, 2008, Т.50, 599-607.
5. *H.Seiler,* J. Appl. Phys., 1983. V. 54, No. 11, R1-18.

Доменная инженерия с использованием электронно-лучевого метода в оптических волноводах на ниобате лития

Л.С. Коханчик[1], Р.В. Гайнутдинов[2], Я.В. Боднарчук,[2] Т.Р. Волк[2]

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
2 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г.Москва, Россия

Сегнетоэлектрические кристаллы ниобата лития $LiNbO_3$ (НЛ) благодаря своим уникальным оптическим свойствам перспективны для создания оптических интегральных устройств [1]. Такое устройство включает в себя тонкопленочный планарный волновод и встроенные в него активные элементы (лазер, модулятор, конвертор частоты, и т.д.), причем весь «чип» формируется на одной кристаллической подложке. Периодические структуры сегнетоэлектрических доменов (ПС) создают среду с пространственно модулированным нелинейным коэффициентом d_{ijk} и используются для конвертирования частоты и реализации других оптических преобразований. ПС совместно с оптическими волноводами позволяют концентрировать световую мощность в тонком слое и достигать высокой эффективности преобразования частоты.

В докладе обобщены результаты выполненных впервые исследований формирования ПС электронным лучом непосредственно в планарных оптических волноводах, изготовленных на неполярных (X или Y) поверхностях кристалла НЛ. На неполярных срезах, в отличие от полярного Z среза, спонтанная поляризация параллельна поверхности, и домены, формирующиеся в области облучения, имеют длинную вытянутую форму, практически параллельную подложке [2 – 4].

Особенности роста доменов и ПС исследовались в волноводах, изготовленных на Y срезе методом прямой диффузии Ti и Zn (Ti-$LiNbO_3$ и Zn-$LiNbO_3$), и изготовленных на X срезе методом имплантации ионов He+ (He-$LiNbO_3$) с энергией ионного пучка 450 кэВ. В последнем случае расчетная глубина структурно нарушенного He- имплантированного слоя, определяющего толщину волновода, D = 1.3 – 1.5 мкм. Для реализации нелинейно-оптических преобразований в волноводах требовались ПС с пространственными периодами диапазона ~3,5 - 7,5 мкм.

ПС формировались в растровом электронном микроскопе JSM-840A. Для управления облучениями использовалась программа NanoMaker. Техника облучений для формирования планарных ПС с заданным периодом путем двумерного сканирования луча по поверхности описана в [2-6]. ПС визуализировались методом микроскопии пьезоотклика (PFM) и селектив-

ным химическим травлением на Y-срезе. Проводились исследования роста доменов, дозовых зависимостей зарождения доменов, влияния ускоряющего напряжения и т.д., в кристаллах с волноводными слоями.

При создании доменов на Y-срезе НЛ была установлена однозначная зависимость глубины формирования доменов (T_d) от ускоряющего напряжения U= 5, 10, 15 и 25 кВ [5-7]. Для волновода He-$LiNbO_3$ показано [8], что регулярность ПС обеспечивается условием $T_d \leq D$, когда домены формируются в пределах слоя выше структурно нарушенной области. В случае $T_d > D$ рост доменов тормозится более глубоким структурно нарушенным слоем, что приводит к нарушению закономерностей формирования ПС. На этом основании можно выбрать величину ускоряющего напряжения U (задающего T_d), обеспечивающего оптимальную регулярность решетки для волновода данной толщины.

В волноводах Ti-LiNbO3 и Zn-LiNbO3, наиболее регулярные ПС формировались в областях волновода с минимальной концентрацией металла [3].

Была проведена характеризация записанных ПС методом конфокальной микроскопии ГВГ.

Выполненные исследования демонстрируют особенности и возможности доменной инженерии электронным лучом в планарных оптических волноводах на ниобате лития. На основании полученных закономерностей намечено развитие данной техники создания ПС в волноводах канального и полоскового типа.

1. *W.Sohler., H.Hu, et al.* Optic and Photonic News.2008.V.19.№1.P.24-31
2. *Л. С. Коханчик, М. В. Бородин, С. М. Шандаров, и др*. ФТТ, 2010, 52, 1602 – 1610.
3. *L.Kokhanchik , M.Borodin, et al,* IEEE TUFFC, 2012, V.59.№6.P.1076-1083
4. *Kokhanchik L.S., Volk T.R.,* Appl.Phys,B.2013.V.110.P.367-373
5. *L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, E. D. Mishina, S. D. Lavrov, T. R. Volk,* Appl.Phys.Lett. , 2014, 105, 142901.
6. *Kokhanchik L.S., Gainutdinov R.V., Lavrov S.D., Volk T.R.,* J.Appl.Phys.,2015. V.118. P.072001-74.
7. *Л.С.Коханчик, Р.В.Гайнутдинов, Т.Р. Волк,* ФТТ.2015.Т.57. №6. С.937-944.
8. *T.Volk, L.Kokhanchik., R. Gainutdinov, Y .Bodnarchuk et al*, J.Lightwave Techn. 2015. V.33..№ 23. P.4761 -4766.

Работа поддержана РФФИ: гранты №15-52-53107 GFEN_a и №16-02-00439-a

Исследование спектров излучения Eu^{3+} в широкозонных материалах методом локальной катодолюминесценции

В.А. Кравец, К.Н. Орехова, М.В. Заморянская

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия

Излучение редкоземельного иона Eu^{3+} характеризуется большой интенсивностью в красной области спектра, что позволяет использовать его в лазерах, плазменных панелях, дисплеях с автоэлектронной эмиссией, электронно-лучевых трубках и люминесцентных лампах. Также возможно использование иона Eu^{3+} в качестве контрастного агента в различных областях науки и техники.

Спектр люминесценции Eu^{3+} представляет собой набор узких полос и мало отличается от спектра свободных редкоземельных ионов. Полосы в спектре определяются запрещенными переходами между ^5D_J и $^7F_{J'}$ уровнями иона, которые происходят внутри экранируемой f-оболочки, что существенно упрощает интерпретацию люминесцентных свойств иона в различных материалах. Форма спектра Eu^{3+} зависит от локальной симметрии иона в материале, благодаря чему Eu^{3+} можно использовать в качестве люминесцентного зонда, спектр которого крайне чувствителен к структурным изменениям легированного материала.

Особое внимание в данной работе уделяется изменению соотношения интенсивностей энергетических переходов $^5D_0$ - $^7F_2$ и $^5D_1$ - $^7F_2$ в спектре. Так, например, интенсивность электродипольного перехода $^5D_0$ - $^7F_2$ заметно меняется в зависимости от локальной симметрии иона Eu^{3+}, тогда как интенсивность магнитодипольного перехода $^5D_1$ - $^7F_2$ слабо зависит от его локального окружения, что объясняется различными правилами отбора для этих переходов. По изменению соотношения интенсивностей полос люминесценции, отвечающих этим двум переходам, можно судить об изменении локальной симметрии иона европия.

В работе представлены исследования спектров Eu^{3+} методом локальной катодолюминесценции в различных диэлектрических матрицах (Gd_2O_3:Eu^{3+}, Y_2O_3:Eu^{3+}, YAG:Eu^{3+}, Eu_2O_3, а также Gd_2O_3:Eu^{3+}/$mSiO_2$ – мезопористых частицах, перспективных для диагностики и терапии онкологических заболеваний). Благодаря высокой энергии электронов пучка, метод локальной катодолюминесценции позволяет возбуждать полосы излучения в УФ диапазоне. Таким образом, удалось интерпретировать высокоэнергетические переходы Eu^{3+} с уровня $^5D_3$, возбуждение которых затруднено в фотолюминесценции. Целью данной работы было исследование влияния локального окружения активатора Eu^{3+} на спектры. По результатам иссле-

дований сделаны выводы о структурных особенностях образцов, подтвержденные другими методами исследований (СЭМ, ПЭМ, РДФА).

Авторы благодарны А.Ю. Мелеху и В.Г. Голубеву за предоставлении материалов для синтеза и исследований; А.Ю. Местеру за помощь в синтезе образцов; М.А. Яговкиной за РДФА исследования образцов. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП "Материаловедение и диагностика в передовых технологиях" поддержана Минобрнауки России (Соглашение о предоставлении субсидии №14.621.21.0007 id RFMEFI62114X0007) при финансовой поддержке гранта РФФИ 16-33-01020а.

Особенности катодолюминисценции гетероструктур $Al_xGa_{1-x}N$ (x > 0.5)

Я.В. Кузнецова[1], В.Н. Жмерик[1], Д.А. Кириленко[1], А.М. Кузнецов[2], М.В. Заморянская[1]

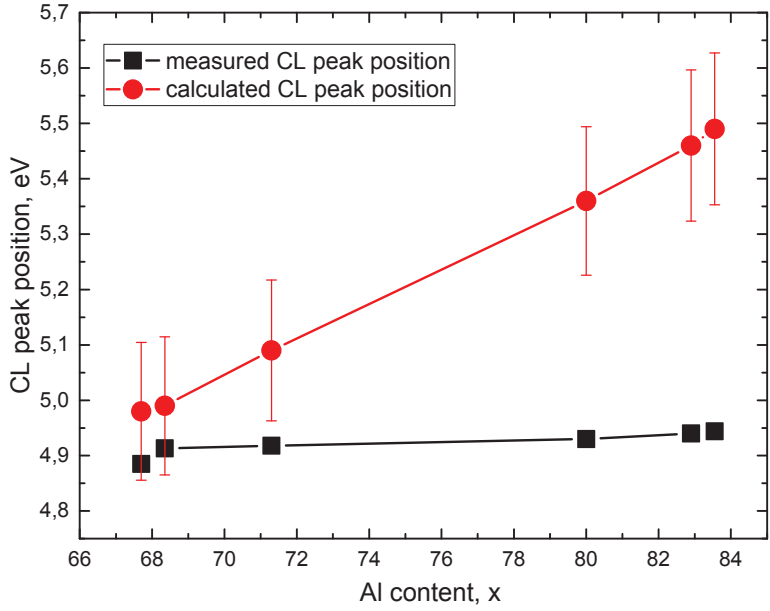
1 ФТИ им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия
2 СПбАУ НОЦНТ РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

Широкозонные полупроводниковые соединения на основе металлов третьей группы AlGaN/GaN обладают уникальными свойствами и интенсивно исследуются с целью создания светодиодов ближнего ультрафиолетового диапазона, оптоэлектронных и СВЧ приборов. Расширение области применения сдерживается проблемами, затрудняющими формирование заданного профиля изменения состава в сложных гетероструктурах.

Хотя согласно расчетам, твердые растворы $Al_xGa_{1-x}N$ (x=0÷1) являются стабильными соединениями в отношении классического фазового распада, во многих работах сообщается о неоднородностях состава, фазовом распаде и образовании сверхрешеточных структур [1-5]. Эти эффекты связаны, в первую очередь, с более низкой поверхностной подвижностью атомов алюминия и отсутствием подложек с близкими значениями параметров решетки и коэффициентов термического расширения. В таких гетероструктурах наблюдается значительное уменьшение энергии краевой люминесценции. В случае образования сверхрешеток происходит локализация носителей заряда, приводящая к рекомбинации экситонов в областях с пониженной шириной запрещенной зоны. Величина «красного» сдвига полос люминесценции в таких случаях может достигать 500 мэВ [6].

В данной работе исследовались гетероструктуры AlGaN, выращенные с помощью плазменно-актированной молекулярно-пучковой эпитаксии [7]. Структуры исследовались методами локальной катодолюминесценции, и просвечивающей электронной микроскопии. Состав тройного раствора $Al_xGa_{1-x}N$ определялся методом рентгеноспектрального микроанализа. В ряде образцов наблюдался значительный сдвиг полосы люминесценции по сравнению с ожидаемым значением для однородного по составу тройного соединения (Рис. 1). В докладе обсуждаются полученные результаты.

Исследования проводились с использованием оборудования ЦКП "Материаловедение и диагностика в передовых технологиях" при поддержке Минобрнауки России (Соглашение о предоставлении субсидии №14.621.21.0007 id RFMEFI62114X0007).



.

Рис. 1. Сравнение измеренного и рассчитанного значений положения максимума полосы катодолюминесценции слоев $Al_xGa_{1-x}N$ различного состава. Рассчитанные значения положения оценивались из предположения однородности состава тройного соединения AlGaN.

1. *D. Korakakis, K. F. Ludwig, Jr., T. D. Moustakas*. Appl. Phys. Lett., 1997, 71, 1, 72.

2. *M. Gao, S.T. Bradley, Yu. Cao, D. Jena, Y. Lin, S.A. Ringel, J. Hwang, W.J. Schaff, L.J. Brillson.* J. Appl. Phys., 2006, 100, 103512.

3. *K. Pakula, R. Bożek, J.M. Baranowski, J. Jasinski.* Physica status solidi (c), 2005, 2, 3, pages 1073.

4. *A. Strittmatter, L. Reissmann, D. Bimberg, P. Veit, A. Krost.* Phys.Status Solidi B, 2002, 234, 722.

5. *M. Albrecht et al.* Phys. Rev. B 2005, 71, 035314.

6. *M. Gao, Y. Lin, S.T. Bradley, S.A. Ringel, J. Hwang, W.J. Schaff, L.J. Brillson* Appl. Phys. Lett., 2005, V.87, P.191906.

7. *В.Н. Жмерик, А.М. Мизеров, Т.В. Шубина, А.В. Сахаров, А.А. Ситникова, П.С. Копьев, С.В. Иванов, Е.В. Луценко, А.В. Данильчик, Н.В. Ржеуцкий, Г.П. Яблонский.* ФТП, 2008, 42, 1420.

Исключение загрязнения меры МШПС-2К в РЭМ

Ю.В. Ларионов

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

Углеводородная контаминационная пленка формируется даже в высоковакуумном РЭМ в ходе сканирования поверхности рельефной структуры электронным пучком. Такая структура, покрытая контаминационной пленкой, изменяет свои первоначальные линейные размеры. Контаминация особенно значима и вредоносна в РЭМ–нанометрологии для меры ширины в виде рельефной структуры. И не только из-за требования высокой точности к значениям ее ширины, но также и из-за необходимости проведения многократных поверок на одном выбранном участке. В результате, многократные поверки будут монотонно изменять ее ширину [1]. Существует метод очистки поверхности меры от контаминации после измерения выступа в РЭМ, однако в результате очистки возможно искажение профиля рельефной структуры и изменение исходного значения размера [2].

В работе будут представлены экспериментальные результаты, демонстрирующие возможность сканирования в высоковольтном высоковакуумном РЭМ S-4600 Hitachi образца, подобного мере МШПС-2К, практически без осаждения на нем контаминационной пленки и без изменения ширины выступа – меры. Эффект достигается изменением режима сканирования образца. В работе будет дано физическое объяснение этому эффекту, что дает возможность понять ограничения в использовании выбранного режима сканирования. На рис.1 представлены результаты изменения ширины трапецеидального выступа в результате многократного его сканирования в РЭМ в традиционном режиме. На рис.2 показано, как слабо меняется ширина подобного выступа при его сканировании в выбранном нами режиме. Измерения проводились с использованием программы обработки РЭМ- изображений [3]. Показано, что воспроизводимость РЭМ - измерений составляет десятые доли нм.

1. *В.П.Гавриленко, В.Б.Митюхляев, А.В.Раков и др.* Нано и микросистемная техника, №2, с.2-6 (2011).
2. *А.А.Михуткин, В.Б.Митюхляев и др.* XIX Рос.симпозиум по РЭМ и аналитическим методам исследований, Черноголовка, тезисы докладов, с.320.
3. Программа обработки и анализа изображений микроскопов, программная платформа NDPL, https://yadi.sk/i/YtOL8GEid9nK4, 2009.

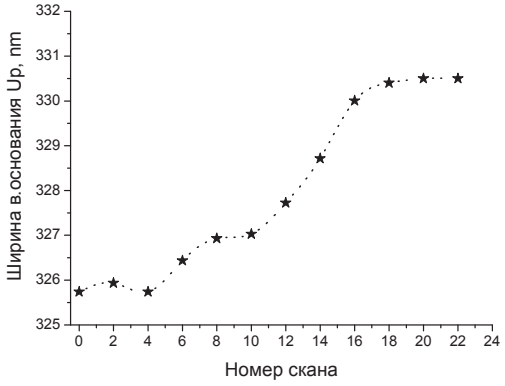


Рис. 1. Изменение ширины при многократном сканировании в традиционном режиме.

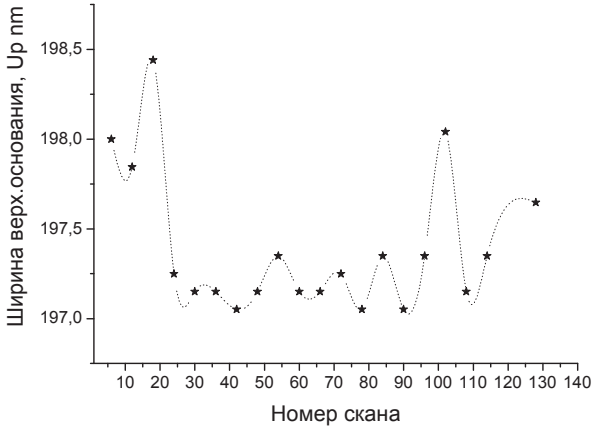


Рис. 2. Изменение ширины при многократном сканировании в оптимизированном режиме.

Сильное искажение формы рельефных структур в результате их контаминации в РЭМ

Ю.В. Ларионов

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

С уменьшением размеров создаваемых на поверхности подложки элементов возрастает влияние поверхностных эффектов на свойства этих элементов. В частности, загрязнение образца способно привести и к изменению состояния поверхности этой подложки и к заметному изменению геометрической формы и размеров рельефных структур, расположенных на ней. Загрязнение (контаминация) поверхности рельефных структур становится особенно заметной внутри растровых электронных микроскопов (РЭМ) в условиях, как это не странно, вакуума. Это связано со стимулированным высаживанием углеводородных (УВ) частиц на площадь, сканируемую электронным пучком [1]. При этом, метрологические объекты (меры) подвергаются обычно длительному и многократному сканированию на одном и том же участке. В результате образуется контаминационная пленка, толщина которой может оказаться больше погрешности измерения ширины меры [2]. В наибольшей степени загрязнения возникают в РЭМ с вакуумом, созданным диффузионными насосами, из которых УВ частицы проникают в колонну.

Исследовано контаминационное искажение рельефных элементов в тест -объекте (подобном мере МШПС-2К) при сканировании его в РЭМ JSM6460 с диффузионным насосом. Сканирование продолжалось около 1 часа, что вызывало сильное контаминационное искажение геометрической формы и уход размеров. Эффект контаминации оценен по изображению рельефных структур в высокоразрешающем и высоковакуумном РЭМ, АСМ и при помощи рентгеноспектрального анализа загрязненных участков контаминированных структур. Выявилось, что искажение очень неравномерно по различным участкам площади в зоне сканирования и на заметном расстоянии вокруг нее, что привело даже к вариации периода в расположении рельефных структур. Контаминация вызвала также неконформное искажение профиля сканируемой структуры и структур вокруг нее. Так, большое (на ~170 нм) уширение верхнего основания сканируемой структуры (при толщине пленки на ней ~10 нм) сопровождалось заметным уменьшением проекции боковых стенок (при минутном сканировании уширение верхнего основания достигает 2÷3 нм при том, что погрешность аттестации ширины основания в МШПС-2К составляет ±2 нм [3]). В ходе контаминации искажается также геометрическая форма краев на углах трапеции, что

приводит также к ошибкам в измерении диаметра пучка РЭМ.

Выявлен сложный механизм контаминационного осаждения пленки на рельефной структуре. Обсуждены детали этого механизма, приводящие к неравномерности осаждения пленки. Сделан вывод, что использование МШПС-2К может быть ограничено лишь высоковакуумными РЭМ, где отсутствует заметный рост контаминационной пленки на рельефных структурах.

Изображение участка рельефной структуры, на которой образовалась контаминационная пленка в ходе сканирования в РЭМ JSM6460, получено с помощью высоковакуумного РЭМ и показано на Рис.1.

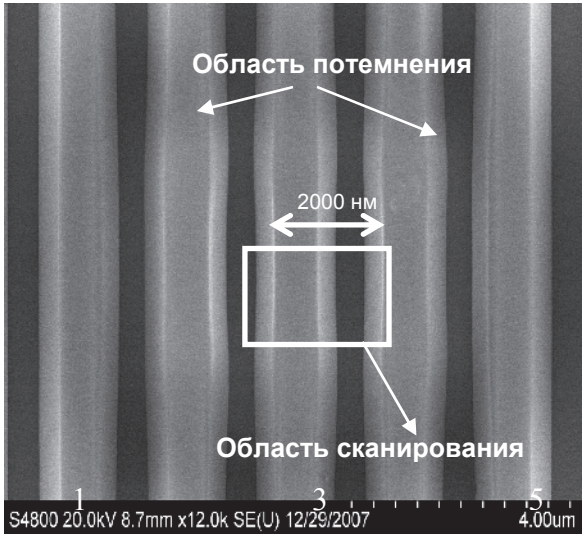


Рис.1

1. *Жданов Г.С.* // Поверхность. 1983. № 1. С. 65.
2. *Ю.В.Ларионов, В.Б.Митюхляев, М.Н.Филиппов.* Поверхность, №9,с.53-64 (2008).
3. Свидетельство об утверждении типа средств измерений RU.C.27.010A №26441 (2012).

Опыт использования ионной колонны двухлучевого сканирующего электронного микроскопа для прецизионной EBSD-пробоподготовки

М.В. Лукашова

ООО «ТЕСКАН», LukashovaMV@tescan.ru, Санкт-Петербург, Россия

В данной работе представлено следующее направление применения двулучевых сканирующих электронных микроскопов (FIB-SEM): использование ионной колонны в качестве инструмента для прецизионной пробоподготовки локальных участков образца с целью последующего их изучения методом микротекстурного анализа EBSD (Electron Backscattered diffraction). Работа выполнена на FIB-SEM TESCAN LYRA 3 GMH в демонстрационно-методическом центре TESCAN в Санкт-Петербурге.

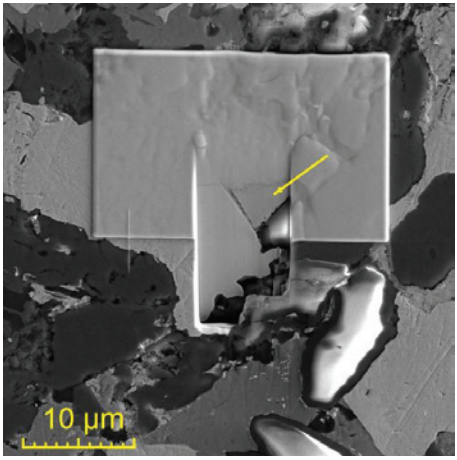
Метод EBSD чрезвычайно привлекателен тем, что позволяет в каждой точке[1] на поверхности образца диагностировать тип и ориентацию кристаллической решетки. Широкому распространению метода EBSD препятствует тот факт, что пробоподготовка для EBSD-исследований, как правило, весьма трудоёмкая, а рецепт этой пробоподготовки зависит от материала образца (вплоть до выбора разного оборудования пробоподготовки). Использование ионной колонны FIB-SEM для EBSD-пробоподготовки имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционными способами:

- возможность выполнять EBSD-исследования единичных объектов микронных размеров, в то время как в случае традиционных методов полировки эти объекты с большой вероятностью исчезнут после полировки («стравятся»). В рамках данной работы успешно получены картины электронной дифракции для неназванного (нового) минерала, который был представлен в шлифе штучными зернами размером от 1 до 2 мкм;
- единообразный способ пробоподготовки, вне зависимости от типа материала;
- выполняется травление локального участка образца, в то время как остальная часть образца остается в первозданном виде (нет необходимости готовить шлиф из всего образца ради исследования небольшого участка);
- возможность получать картины электронной дифракции с непроводящих образцов без какого-либо напыления токопроводящего слоя, и при

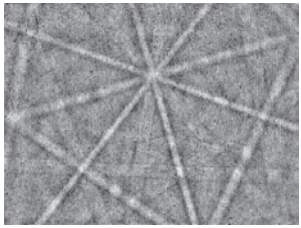
[1] Практически достижимая локальность EBSD-исследований на микроскопах с катодом Шоттки составляет при исследовании объемных образцов ~ 30 нм, в случае «EBSD на просвет» ~ 10 нм

этом в высоком вакууме (платиновая маска и напыление, окружающие участок исследования, являются достаточными для стока заряда).

В наших экспериментах время, потраченное на FIB-пробоподготовку, составляло в среднем 1 час. При этом изучались объекты в диапазоне размеров от единиц и до сотен микрон. Для травления микронных объектов ток ионного пучка выбирался малым (170 пА), для крупных объектов — большим (от 5 нА до 18 нА). Зачастую полировка выполнялась в два этапа: сначала при 30 кэВ, затем при 5 кэВ энергии пучка ионов. Угол между ионным пучком и поверхностью образца составлял 5° или 7° (т.е., ионный пучок распространялся почти по касательной к поверхности образца). Диапазон наклонов столика образцов микроскопа TESCAN LYRA 3 GMH очень широкий и составляет от + 90° до – 60°, что позволяет легко организовать как нормальное падение ионного пучка на образец (как это обычно используется в микроскопах FIB-SEM), так и падение по касательной.



а


б

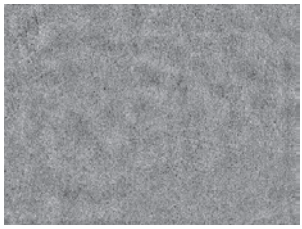

в

Рис. 1. Область, подготовленная для EBSD-анализа с помощью ионного пучка FIB-SEM TESCAN LYRA 3 GMH (а), стрелка указывает на объект интереса — неназванный (новый) минерал. Картины электронной дифракции неназванного минерала после (б) и до (в) FIB-травления

Универсальная функция генерации информативных сигналов для количественных методов растровой электронной микроскопии

Н.Н. Михеев[1], А.С. Ганчев[2], А.С. Колесник[2]

[1]Филиал ФГБУН Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», 248640, г. Калуга, ул. Академическая, д. 8, Россия
[2]ФГБОУ ВПО «Калужский филиал МГТУ им. Н.Э. Баумана», г. Калуга, Россия

Для количественных электронно-зондовых методов диагностики материалов и изделий микро- и нано-электроники при проведении расчетов генерируемых частицами информативных сигналов требуются детальные сведения о пространственном и энергетическом распределении частиц пучка в объеме исследуемого образца. В работах [1-3] применительно к задачам количественного рентгеноспектрального микроанализа (КРСМА) были получены достаточно простые аналитические выражения для функции распределения потерь энергии по глубине образца $\varphi(z)$ и функции латерального распределения энергетических потерь в плоскости, параллельной поверхности образца $\psi(x,y)$. В рамках использованной тогда модели предполагалось, что все обратно рассеянные электроны являются истинно обратно рассеянными, то есть первичными электронами, испытавшими однократное рассеяние на большой угол $\theta > \pi/2$ и после кратного числа малоугловых взаимодействий покинувших образец. В дальнейшем, в работе [4], был уточнен вклад в коэффициент обратного рассеяния электронов пучка η_B истинно обратно рассеянных первичных частиц η_{B1} и тех, которые покидают образец в результате многократного рассеяния η_{B2}.

В данной работе предлагается усовершенствованная форма функции пространственного распределения, которая применительно к процессам многократного рассеяния позволяет в достаточно простой аналитической форме представляет распределение потерь энергии заряженными частицами пучка в объеме образца. В качестве базовой функции использовано первое приближение, полученного в работе [5] решения транспортного уравнения для потерь энергии заряженными частицами в веществе.

Представлены результаты успешного применения новой функции для описания сигналов наведенного тока в цепи короткозамкнутого диода, катодолюминесценции и при проведении количественного локального рентгеноспектрального микроанализа.

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

1. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, Е.В. Широкова.* // Известия РАН. Серия Физическая, 2010, Т. 74, № 7, С. 1049–1053.
2. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, Е.В. Широкова* // Известия РАН. Серия физическая. 2012. Том 76. № 9. С. 1112-1115.
3. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, Е.В. Широкова* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 12. С. 84-89.
4. *Н.Н. Михеев, Н.А. Никифорова, А.С. Ганчев //* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2015. № 9. С. 64-69.
5. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, С.Н.Юдина* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2009. № 3. С. 53-57.

Модель формирования РЭМ изображений в режиме сбора обратно рассеянных электронов

Ю.А. Новиков

Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Москва, Россия
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

Создание виртуального растрового электронного микроскопа на основе симулятора [1] потребовало наличия модели формирования изображений в разных режимах работы РЭМ. Для этого была создана модель формирования изображения в РЭМ в режиме регистрации обратно рассеянных электронов (ОРЭ). Согласно этой модели формирование ОРЭ сигналов $V(t)$ осуществляется с помощью четырех механизмов

$$V(t) = A_1 V_1(t) + A_2 V_2(t) + A_3 V_3(t) - A_4 V_4(t).$$

Здесь $V_j(t)$, j = 1,2,3,4 – описывают соответствующие механизмы, A_1, A_2, A_3 и A_4 – положительные величины, определяют вклады этих механизмов в формирование ОРЭ сигнала, t – координата сканирования.

$V_1(t)$ определяется взаимодействием пучка первичных электронов с рельефной структурой

$$V_1(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S(x,y) F(x,y,t) dxdy,$$

где $S(x,y)$ – функция, описывающая рельеф поверхности, $F(x,y,t)$ – характеризует плотность распределения электронов в зонде РЭМ.

$V_2(t)$ определяется взаимодействием многократно рассеянных первичных электронов с рельефом

$$V_2(t) = \int_0^{\infty} dz \int_{-\infty}^{\infty} S_z(x,y,z) F_1(x,y,z,t) dxdy,$$

где $S_z(x,y,z)$ – функция, описывающая рельеф поверхности на глубине z, $F_1(x,y,z,t)$ – характеризует плотность распределения многократно рассеянных первичных электронов на глубине z.

$V_3(t)$ определяется многократно рассеянными вторичными электронами, взаимодействующими с рельефом

$$V_3(t) = \int_0^{\infty} dz \int_{-\infty}^{\infty} S_z(x,y,z) F_2(x,y,z,t) dxdy,$$

где $F_2(x,y,z,t)$ – характеризует плотность распределения многократно рассеянных вторичных электронов на глубине z.

$V_4(t)$ определяется обратно рассеянными первичными и вторичными

электронами, взаимодействующими с рельефом в процессе выхода электронов из поверхности структуры в вакуум

$$V_4(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S(x,y) F_{BSE}(x,y,t)\,dx\,dy\,,$$

где $F_{BSE}(x,y,t)$ – характеризует плотность распределения электронов в пучке обратно рассеянных электронов.

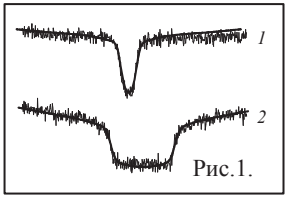


Рис.1.

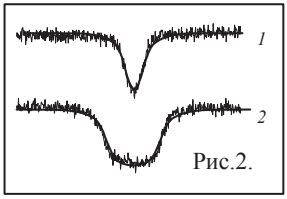
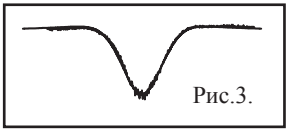
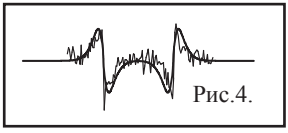
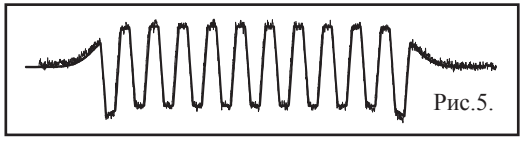


Рис.2.


Рис.3.


Рис.4.


Рис.5.

В докладе представлены результаты сравнения модельных и экспериментальных сигналов, полученных при сканировании в РЭМ канавок в кремнии, имеющих прямоугольный и трапециевидный профили. Энергия электронов зонда была 20 кэВ. При моделировании использовались гауссовские распределения электронов в пучках.

На рис.1 и 2 приведены ОРЭ сигналы РЭМ, полученные при сканировании прямоугольных канавок [2] в ***n***-кремнии с ширинами 128.5 нм и 486.2 нм (сигналы *1* и *2* на рис.1) и в ***p***-кремнии с ширинами 150.7 нм и 434.7 нм (сигналы *1* и *2* на рис.2) и глубинами 850 нм.

На рис.3 и 4 приведены формы ОРЭ сигналов канавок в кремнии шириной 1 мкм и 12 мкм соответственно и глубиной 0.3 мкм, имеющих трапециевидный профиль с малыми углами наклона боковых стенок.

На рис.5 приведена форма ОРЭ сигнала, полученного при сканировании канавок шаговой структуры тест-объекта *МШПС-2.0К* [3], имеющих трапециевидный профиль с большими углами наклона боковых стенок.

На всех рисунках на реальные сигналы наложены модельные ОРЭ сигналы, которые хорошо описывают эксперимент.

1. *Ю.А. Новиков*. Микроэлектроника, 2014, 43, № 6, 456-467.

2. *Ю.А. Новиков, С.В. Пешехонов, И.Б. Стрижков.* Труды ИОФАН, 1995, 49, 20-40.

3. *Ч.П. Волк, Е.С. Горнев, Ю.А. Новиков, Ю.В. Озерин, Ю.И. Плотников, А.М. Прохоров, А.В. Раков*. Микроэлектроника, 2002, 31, № 4, 243-262.

Метод дефокусировки зонда РЭМ при измерении линейных размеров элементов микросхем

Ю.А. Новиков

Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Москва, Россия
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

Одним из основных методов контроля технологии производства микросхем является измерение размеров элементов микро- и наноструктур [1], имеющих трапециевидный профиль с малыми углами наклона боковых стенок. Особую важность имеет измерение критических (минимальных) размеров, которые в настоящее время составляют 12 нм.

В работе [2] был предложен метод измерения линейных размеров элементов микросхем, основанный на дефокусировке зонда растрового электронного микроскопа (РЭМ). В основе метода лежит выбор на сигналах РЭМ, полученных при регистрации вторичных медленных электронов (ВМЭ), контрольных точек, характеризующих особенности формы сигнала, и определении зависимостей расстояний между этими точками от фокусировки зонда РЭМ. При экстраполяции полученных зависимостей к нулевому размеру зонда все эти зависимости пересекаются в одной точке. Полученный таким образом размер является размером элемента рельефа. Однако в работе [2] метод не был теоретически обоснован и не было выяснено какой размер трапециевидной структуры определяется этим методом.

Создание виртуального растрового электронного микроскопа [3-7] позволило осуществить теоретическое обоснование метода и выяснить какой же размер определяется. Для этого на виртуальном РЭМ были сгенерированы ВМЭ изображения выступов и канавок трапециевидной формы с малыми углами φ наклона боковых стенок при разных диаметрах зонда, лежащих в диапазоне 5 – 30 нм. Ширины элементов рельефа были 100 и 30 нм. Схема структур и параметры их элементов приведены на рис.1.

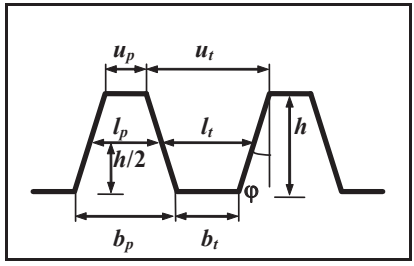


Рис.1.

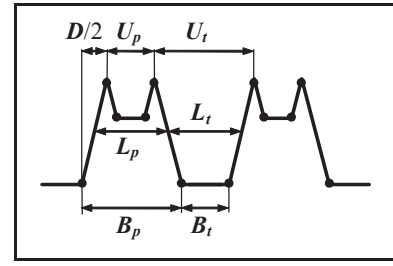


Рис.2.

На сигналах, схема которых приведена на рис.2, были определены размеры отрезков U_p, L_p, B_p, U_t, L_t, B_t (расстояния между максимумами U, размер средней линии сигнала L и размер основания сигнала B для выступов (индекс p) и канавок (индекс t) и построены зависимости этих размеров от параметра D (см. рис.2), характеризующего диаметр зонда [2]. На рис.3 и 4 представлены эти зависимости для выступа (рис.3) и канавки (рис.4) шириной 100 нм (средняя линия трапеции) и высотой (глубиной) 30 нм. Все зависимости сошлись в одной точке, как для выступа (рис.3), так и для канавки (рис.4). Оказалось, что полученный таким образом размер соответствует ширине линии на уровне основания (b_p) для выступа и на уровне дна (b_t) для канавки.

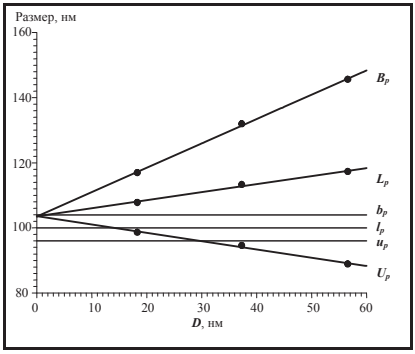


Рис.3.

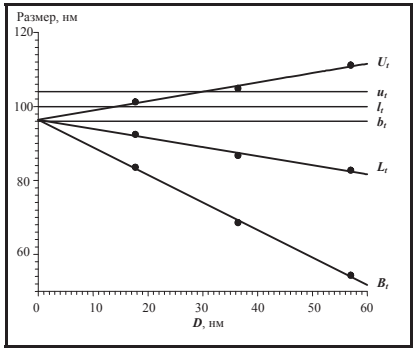


Рис.4.

Продемонстрировано, что метод дефокусировки зонда РЭМ работает в диапазоне размеров, превышающих диаметр зонда в 3 и более раза. При диаметрах зонда современных новых РЭМ, составляющих 5 нм, метод позволяет определять размеры элементов микросхем вплоть до 15 нм.

1. *M.T. Postek.* Proc. SPIE, 2002, 4608, pp. 84-96.

2. *V.P. Gavrilenko, V.A. Kalnov, Yu.A. Novikov, A.A. Orlikovsky, A.V. Rakov, P.A. Todua, K.A. Valiev, E.N. Zhikharev*. Proc. SPIE, 2009, 7272, pp. 727227-1 – 727227-9.

3. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2013, 42, № 1, 34-41.

4. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2013, 42, № 4, 262-270.

5. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2014, 43, № 4, 263-274.

6. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2014, 43, № 6, 456-467.

7. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2015, 44, № 4, 306-320.

Контроль качества изготовления тест-объектов для калибровки РЭМ

Ю.А. Новиков

Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Москва, Россия
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

В настоящее время для калибровки растровых электронных микроскопов (РЭМ) рекомендуется [1] использовать тест-объекты с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок [2]. С их помощью можно определять все основные параметры РЭМ [2-6] – размер пикселя на изображении [2,3], диаметр зонда [2], распределение интенсивности электронов в зонде [4], ортогональность зонда относительно исследуемого объекта [5], линейность сканирования [6]. Точность измерений этих параметров РЭМ определяется качеством изготовления тест-объекта. В докладе описаны несколько методов контроля качества изготовления тест-объектов с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок:

- визуальный контроль дефектов поверхности,
- использование сколов рельефа,
- получение изображения в просвечивающем электронном микроскопе,
- корреляционный анализ сигналов РЭМ.

Обсуждаются достоинства и недостатки этих методов.

В качестве метода объективного количественного контроля качества изготовления тест-объектов наиболее удобно использовать корреляционный анализ сигналов РЭМ, полученных в режиме сбора вторичных медленных электронов (ВМЭ) в процессе измерения параметров растрового электронного микроскопа.

В результате корреляционного анализа осуществляется расчет коэффициентов корреляции между координатами контрольных точек на сигналах РЭМ, соответствующих координатам верхних и нижних оснований трапециевидных выступов, канавок и наклонных стенок элементов структур тест-объекта. Коэффициенты корреляции близкие к единице указывают на высокое качество тест-объекта в районе проведения измерений.

Демонстрация работы метода осуществлена на РЭМ *S 4800*, работающем в режиме сбора ВМЭ, в процессе его калибровки. В качестве тест-объекта использовались структуры *МШПС-2.0К* [2], которые представляют собой шаговые структуры (номинальное значение шага 2000 нм) из 11 канавок (10 выступов) на поверхности кремния с ориентацией (100). Выступы имеют трапециевидную форму с большими углами наклона боковых стенок [2]. В таблице приведены коэффициенты корреляции для правых и левых сторон 10 выступов одной из шаговых структур тест-объекта *МШПС-2.0К*.

№ выступа	Левая стенка	Правая стенка
1	0.856	0.862
2	0.841	0.878
3	0.923	0.881
4	0.910	0.936
5	0.918	0.914
6	0.912	0.921
7	0.902	0.893
8	0.885	0.898
9	0.919	0.836
10	0.862	0.870

Высокие коэффициенты корреляции, близкие к единице (отклонение от единицы определяются шумами сигнала), для всех сторон выступов указывают на то, что все элементы данного тест-объекта в районе, который использовался для калибровки РЭМ, имеют очень высокое качество изготовления, достаточное для проведения измерений параметров растрового электронного микроскопа.

1. *В.П. Гавриленко, Е.Н. Лесновский, Ю.А. Новиков, А.В. Раков, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов*. Известия РАН. Сер. Физ., 2009, 73, № 4, 454-462.

2. *Ч.П. Волк, Е.С. Горнев, Ю.А. Новиков, Ю.В. Озерин, Ю.И. Плотников, А.М. Прохоров, А.В. Раков*. Микроэлектроника, 2002, 31, № 4, 243-262.

3. *Ч.П. Волк, Е.С. Горнев, Ю.А. Новиков, Ю.В. Озерин, Ю.И. Плотников, А.В. Раков.* Микроэлектроника, 2004, 33, № 6, 419-428.

4. *Ю.А. Новиков.* Микроэлектроника, 2014, 43, № 5, 373-383.

5. *Yu.A. Novikov.* Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2013, 7, No. 6, 1283–1288.

6. *Ю.А. Новиков.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, № 11, 70-74.

Структурные особенности мембранных систем на основе полиэлектролитных комплексов

А.С. Орехов[1,2], В.В. Клечковская[1], Ю.Г. Баклагина[3], В.А. Петрова[3], С.В. Кононова[3]

1 ФГБУН Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова РАН, Москва, Россия
2 НИЦ «Курчатовский Институт», г. Москва, Россия
3 ФГБУН Институт высокомолекулярных соединений РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

Благодаря биосовместимости с тканями человека, низкой токсичности, способности усиливать регенеративные процессы при заживлении ран, биодеградируемости, материалы на основе хитозана и 2-амино-2-дезокси-β-D-глюкана представляют особый интерес для медицины. Как и в случае с целлюлозой, хитин, хитозан и их производные обладают волокно и пленкообразующими свойствами. Наличие электронодонорных амино- и гидроксильных групп, широкие возможности введения различных ионогенных групп кислотного и основного характера делают производные хитина и хитозана весьма перспективными для использования в биотехнологии, а также хроматографии. В отличие от хитина, хитозан хорошо растворяется в разбавленных растворах кислот (образование поликатиона), способен формировать комплексы с ионами металлов и другие. Интерполимерные комплексы на основе хитозана, образующиеся при взаимодействии макромолекул противоположно заряженных полиэлектролитов (полиэлектролитные комплексы - ПЭК), характеризуются высокой гидрофильностью, что позволяет использовать их в качестве эффективных флокулянтов, структурообразователей, а в виде пленок - в качестве полупроницаемых мембран и покрытий [1,2].

Процессы взаимодействия сравнительно жесткоцепного хитозана, способного, благодаря наличию ионогенных групп, к образованию межмолекулярных ион-ионных и ион-дипольных связей, с полианионами в благоприятных условиях приводят к образованию полиэлектролитных комплексов, что обеспечивает возможность улучшения физико-механических свойств получаемых пленок. Перспективным направлением успешного использования таких пленок являются первапорационные процессы разделения водно-органических смесей. Так, пленка на основе интерполимерного комплекса хитозан – полиакриловая кислота в процессе разделения методом первапорации водно-изопропанольной смеси не уступает по транспортным характеристикам пленкам из традиционных материалов (ацетат

целлюлозы, поливиниловый спирт), заметно превосходя их по селективности [2].

Методами рентгеновской дифракции, сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа нами изучались структура пленок хитозана, а также процесс комплексообразования между поликатионом хитозана и полианионом сульфоэтилцеллюлозы и структура полученных таким образом композитных пленок [3]. Показано, что вследствие взаимодействия между положительно заряженными группами хитозана ($-NH_3^+$) и отрицательно заряженными группами сульфоэтилцеллюлозы ($-SO_3^-$) в мультислойной пленке реализуется упаковка хитозановых цепей. Анализ дифракционных картин свидетельствует, что независимо от последовательности нанесения слоев, при формировании пленок из растворов ХЗ и $СЭЦ_{сз=80}$ их структурные характеристики идентичны, а реализация полиэлектролитных контактов и образование пленок ПЭК–ХЗ или ХЗ–ПЭК сопровождаются аналогичными конформационными изменениями, приводящими к кристаллизации ХЗ-цепей. Наблюдаемое в области углов отражения $2\theta = 10°$ небольшое различие на дифракционных картинах может быть объяснено присутствием в образце ХЗ–ПЭК молекул воды между цепями в структуре ХЗ [3].

Аналогичные выводы были сделаны нами при исследовании структурных особенностей ПЭК хитозана с другими полианионами класса полисахаридов, такими как гиалурон или каррагинан. Полученные данные привели к необходимости детального анализа структуры хитозана в зависимости от условий формирования полимерных пленок, начиная со стадии дезацетилирования хитина.

1. Salmon S., Hudson S.M. // J. M. S. Rev. Macromol. Chem. Phys. C. 1997. V. 37. № 2. P. 199;

2. Гальбрайх Л.С. // Соросовский образовательный журнал. 2001. Т.7. №1. С. 51;

3. Баклагина Ю.Г., Кононова С.В. и др. // Кристаллография. 2013. № 2. С. 268;

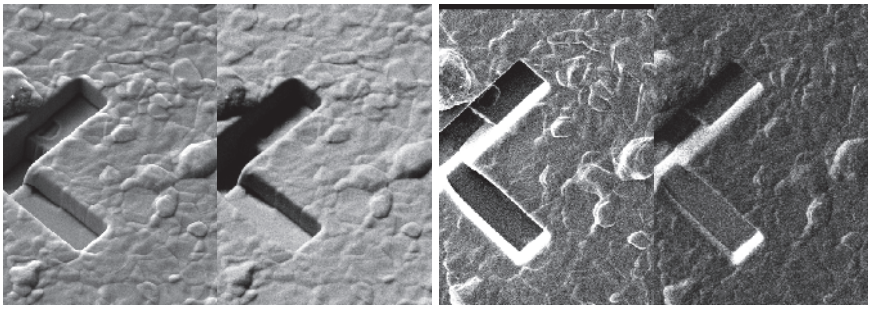
Возможность использования контраста ионно-стимулированных Оже-электронов, задействуя стандартные оснащение двулучевых систем

А.Ю. Переяславцев

Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова, 127055, г. Москва, ул. Сущевская 22, Россия

Взаимодействие ионов средних энергий с поверхностью твердого тела провоцирует множество вторичных эффектов, одним из которых является эмиссия Оже-электронов [1, 2]. Ионизация внутренних оболочек атомов мишени проходит по квазимолекулярному механизму [3]. К образованию вакансий могут приводить как симметричные Al-Al, так и не симметричные столкновения Ion+-Al. Ионно-стимулированная Оже-эмиссия может быть реализована любыми ионами, чья энергия превышает порог образования вакансии [4]. Наибольший вклад вносят симметричные столкновения, т.о. для случая мишени алюминия можно предположить 2,5 кратную разницу в интенсивности сигнала поверхности (Al2O3) и основного материала (Al). Кроме того, атомноподобные пики в ионно-стимулированном процессе имеют значительно большее отношение сигнал-фон, чем их электронно-стимулированные аналоги. Данная зависимость проиллюстрирована на рис. 1 – при электронном возбуждении и отрицательном смещении коллектора ЭТ-детектора различий в сигнале поверхности и основного материала не наблюдается, в то время как при ионном возбуждении и нулевом смещении мы имеем ярко выраженную зависимость разницы коэффициентов вторичноэлектронной эмиссии. При подаче отрицательного смещения контраст меняется на противоположный, т.к. доля Оже-электронов в интегральном спектре возрастает. Вследствие низкого вакуума системы и высокого сродства материала к кислороду разница в интенсивности сигнала оказалось ниже ожидаемой. К увеличению разницы в контрасте может привести изменение угла падения ионов, т.к. интенсивность ионно-стимулированной Оже-эмиссии имеет четкую угловую зависимость [3].

Была проведена регистрация спектра эмитированных электронов при ионном Оже-процессе (рис. 2).



а) *б)*

Рис. 1. Изображения образца пленок алюминия, полученных магнетронным напылением, при смещении коллектора ЭТ-детектора 0 и -68 эВ соответственно: а) при электронном возбуждении; б) при ионном возбуждении.

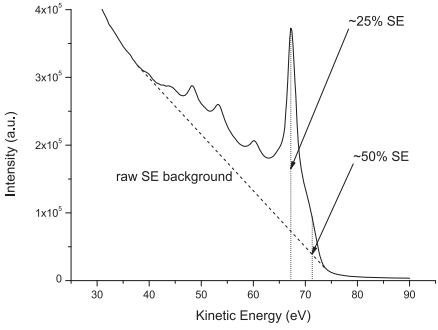


Рис. 2. Интегральный спектр электронов ионно-стимулированном Оже-процессе.

Подача смещения на коллектор ЭТ-детектора аналогична энергетическому фильтру, изменяющему положение нуля шкалы кинетической энергии. Т.о. изменение контраста напрямую связано с увеличением доли Оже-электронов.

1. *Oliva A. et al.* Ion-induced Auger emission from Si, Al and Al x Mg 1− x samples //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1991. – Т. 58. – №. 3. – С. 333-341.

2. *Commisso M. et al.* The role of atomic collisions in kinetic electron emission from Al surfaces by slow ions //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2007. – Т. 256. – №. 1. – С. 474-477.

3. *Kawai K. et al.* Auger electron emission from a Si (111) surface during 11-keV Ar+ ion sputtering //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2013. – Т. 315. – С. 283-286.

4. *Baragiola R. A., Alonso E. V., Raiti H. J. L.* Ion-induced Auger-electron emission from aluminum //Physical Review A. – 1982. – Т. 25. – №. 4. – С. 1969.

Характеризация полупроводникового преобразователя энергии бета-излучения на основе кремния в РЭМ

М.А. Поликарпов[1], Е.Б. Якимов[2]

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 малой мощности. Однако характеристики разработанных к настоящему времени элементов существенно уступают рассчитанным. Учитывая высокую стоимость радиоизотопа ^{63}Ni, существенную роль для улучшения параметров бета-вольтаических элементов могут играть методы, позволяющие предсказать параметры таких элементов, например, на основе измерений в РЭМ. В настоящей работе предлагается подход для такого предсказания. Он основан на: расчете методом Монте Карло распределения скорости генерации неравновесных носителей заряда в полупроводниковом преобразователе энергии бета-излучения в электрический ток, в зависимости от толщины и удельной активности источника бета-излучения; определении на основе измерения зависимости индуцированного электронным пучком тока в РЭМ от энергии пучка вероятности собирания для любого конкретного полупроводникового преобразователя; расчета тока, индуцированного в этом преобразователе бета излучением, и с использованием значении этого тока измерении в РЭМ остальных параметров элемента.

Важно отметить, что, как показали наши расчеты [1,2], если для моноэнергетического электронного пучка распределение скорости генерации по глубине достаточно хорошо описывается одной или двумя функциями Гаусса, 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. Это и обусловило невозможность имитации бета-излучения электронным пучком РЭМ, как это делалось в ряде работ, и обусловливает необходимость поиска другой стратегии.

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. Вероятность собирания рассчитывалась, как

решение диффузионного уравнения с соответствующими граничными условиями, но без члена описывающего генерацию. Параметры структуры, необходимые для расчета, получали из подгонки измеренной в РЭМ зависимости индуцированного тока от энергии пучка рассчитанной.

Далее, используя рассчитанное значение индуцированного бета-излучением тока, подбирался ток пучка в РЭМ, необходимый для получения в исследуемой структуре такого же наведенного тока. И при этом значении тока пучка экспериментально определялись остальные характеристики преобразователя, такие как напряжение холостого хода, фактор заполнения и максимальную мощность.

Описанный подход был применен для предсказания параметров бета-элемента с кремниевым p-n переходом в качестве преобразователя. На этом же элементе проводились измерения с реальным источником бета-излучения. Измеренные значения отличались от предсказанных не более, чем на 15%.

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

1. *В.Н. Павлов, В.Я. Панченко, М.А. Поликарпов, А.А Свинцов, Е.Б. Якимов*. Поверхность, 2013, № 9, 46–49.

2. *С.И. Зайцев, В.Н. Павлов, В.Я. Панченко, М.А. Поликарпов, А.А. Свинцов, Е.Б. Якимов*. Поверхность, 2014, № 9, 9–12.

Идентификация параметров транспорта экситонов в нитриде галлия при помощи время-пролётных катодолюминесцентных измерений

А.Н. Поляков[1], М.А. Степович[1,2], Д.В. Туртин[2]

1 Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, ул. Степана Разина, д. 26, г. Калуга, Россия
2 Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова, Ивановский филиал, 153025, ул. Дзержинского, д. 53, г. Иваново, Россия

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 время-пролётные 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. Поэтому предыдущий результат был нами обобщен на случай цилиндрической области генерации и трехмерной диффузии экситонов [5, 6], что позволяет расширить область применения предлагаемого подхода.

В данной работе будут описаны результаты определения коэффициента диффузии и подвижности экситонов в нитриде галлия с использованием результатов время-пролётных КЛ измерений в диапазоне температур 5-

300 К. Идентификация параметров материала осуществлялась методом конфлюентного анализа с использованием трёхмерных моделей диффузии и КЛ экситонов. На основе анализа температурной зависимости подвижности экситонов сделаны некоторые выводы о механизмах рассеяния, характерных для исследованных образцов.

Исследования проведены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект №14-42-03062), а также Минобрнауки РФ (базовая часть государственного задания, задание №340/2015, проект №1416), РФФИ (проект №16-03-00515).

1. *Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Степович М.А.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2011. №11. С. 35-40.
2. *Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Степович М.А.* // Прикладная физика. 2012. №6. С. 41-46.
3. *Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Степович 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.
5. *Поляков А.Н., Степович М.А., Туртин Д.В.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2015. № 12. С. 48-52.
6. *Поляков А.Н., Noltemeyer M., Hempel T., Christen J., Степович М.А.* // Прикладная физика. 2015. № 4. С. 11-15.

Исследование с помощью ПЭМ и СПЭМ модификации наночастиц в кварце, созданных имплантацией цинком, путем облучения ионами $^{126}Xe^{+}$

В.В. Привезенцев[1], В.С. Куликаускас[2], В.В. Затекин[2], А.Н. Шемухин[2], А.Ю. Трифонов[3], А.Н. Сахаров[3]

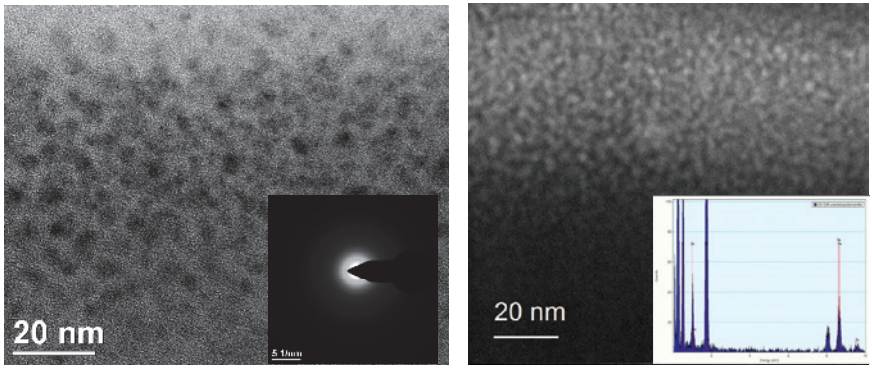
1 Физико-технологический институт РАН, г. Москва, Россия
2 Научно-исследовательский институт ядерной физики МГУ, г. Москва, Россия
3 НИИ физических проблем, Зеленоград, г. Москва, Россия

Наночастицы (НЧ) металлов и их окислов, созданных 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), для медико-биологических целей и т.п. [1]. Формирование таких НЧ в кварце или в пленке SiO_2 на Si подложке можно производить с помощью метода ионного легирования [2-5], поскольку он позволяет точно контролировать дозу имплантированной примеси и создавать ее концентрации гораздо выше предела равновесной растворимости в такой подложке. В данной работе представлены результаты влияния облучения ионами Xe на размеры НЧ в кварце, сформированных имплантацией Zn, а также последующим отжигом.

Пластины CZ-n-Si(100) были имплантированы ионами $^{64}Zn^{+}$ с дозой 5×10^{16}см$^{-2}$ и энергией 50кэВ при ионном токе j≤0.5μA/см^2 для предотвращения заметного нагрева. Затем пластины были изохронно отожжены в течение 1часа в кислороде при температурах от 400 до 1000°C. Образцы как после имплантации, так и после отжига облучались ионами $^{126}Xe^{+}$ с дозой 1×10^{15}/см^2 и энергией 500кэВ.

Для исследования профилей Zn и Xe применялось резерфордовское обратное рассеяние (РОР) ионов He^{+} с энергией 1,7МэВ. Визуализация НЧ проводилась с помощью просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения (ПЭМ ВР) Tecnai G2 20 S-Twin (FEI) при ускоряющим напряжением 200кэВ в сочетании с электронографией (ЭГ) и энергодисперсионной спектроскопией (ЭДС). Прибор был снабжен высокоугловым кольцевым детектором темного поля (HAADF) для работы в сканирующем ПЭМ режиме (СПЭМ).

Из профилей РОР установлено, что распределение имплантированного Zn имеет гауссову форму с максимумом на глубине 70нм, что находится в согласии со SRIM моделированием [6]. Наличие фазы цинка после имплантации подтверждается ЭДС-профилем и спектром для Zn˚K линии.



а) б)

Рис. 1. (а) - ПЭМ-изображения кварца после имплантации ионами $^{64}Zn^{+}$ (на вставке представлено изображение ЭГ) и (б) - СПЭМ-изображение кварца после имплантации Zn и отжига в кислороде при 800°С и облучения ионами $^{126}Xe^{+}$ (на вставке ЭДС-спектр в области максимума концентрации Zn на глубине 55нм).

Из анализа ПЭМ-изображений на Рис.1а следует, что после имплантации Zn средний размер аморфных НЧ Zn составляет около 10нм. Об аморфизации образца говорит ЭГ на вставке к Рис.1а. Как показывает анализ ЭДС-профиля для Zn˚K линии после отжига при 800°С распределение Zn смещается к поверхности образца и имеет два максимума: один на глубине 55нм, а другой - на поверхности. Из данных ПЭМ следует, что после отжига при 800°С в кварце формируются НЧ ZnO со средним размером около 7нм.

После облучения ионами Xe на глубине около 200нм зафиксирован максимум распределения его концентрации, причем это облучение вызывает некоторое изменение профилей Zn как после имплантации, так и после отжига. Указанное облучение приводит к уменьшению средних размеров НЧ Zn после имплантации до 6нм и НЧ ZnO после отжига до 3нм (Рис.1б). В обоих случаях после облучения ионами Xe наблюдается сужение распределения НЧ Zn и ZnO по размерам.

1. Metal Oxide Nanostructures and Their Applications. Ed. by A. Umar and Y.-B. Hahn. Chonbuk National University, S. Korea, 2010.
2. *N. Umeda, H. Amekura, N. Kishimoto*. Vacuum, 2009, **83,** 645-650.
3. *Y.Y. Shen, X.D. Zhang, D.C. Zhang et al.* Mater. Lett., 2011, **65**, 3323-3326.
4. *C.L. Liu, H. Zhao et al*. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, 2014, **326**, 23-27.
5. *V. Privezentsev, V. Kulikauskas et al.* phys. stat. sol. (c), 2015, **205-206**, 502-508.
6. *J.F. Ziegler, J.P. Biersack*. SRIM 2008 (http://www.srim.org).

Особенности кинетики зарядки различных модификаций диэлектрика Al_2O_3 (сапфира, поликристалла, керамики) при электроном облучении

Э.И. Рау[1,2], А.А. Татаринцев [1,2], А.А. Хайдаров[1]

1 Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия
2 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Опубликованные в последние годы результаты экспериментальных и теоретических исследований по зарядке диэлектриков при электронном облучении дают противоречивое описание этого явления [1-5], в основном из-за различия в подходах и фрагментарности экспериментальных исследований, а также различий в выбранных физических моделях механизмов зарядки.

В настоящем сообщении на основе обширных экспериментальных результатов даётся попытка дать сбалансированную оценку многообразных факторов, влияющих на процесс зарядки, приводятся новые особенности этого процесса и даётся их интерпретация.

Схема комплексной установки для одновременного измерения максимального числа кинетических характеристик многообразного самосогласующегося явления зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении приводится на рис. 1.

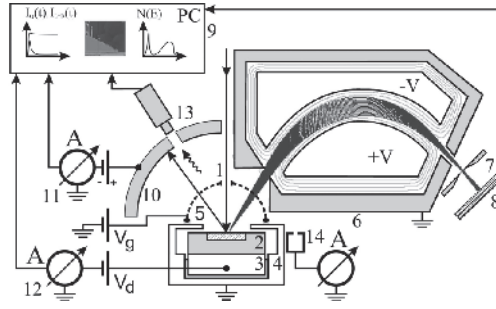


Рис. 1. Схема комплексной экспериментальной установки помещаемой в СЭМ для исследования зарядки диэлектриков. 1 – электронный зонд; 2 – диэлектрический образец, помещенный на металлическую подложку 3; 4 – экранирующий электрод; 5 – полусферическая сетка под потенциалом V_g; 6 – электростатический спектрометр; 7 – выходная диафрагма; 8 – МКП-детектор; 9 – компьютер; 10 – полусферический коллектор эмитированных электронов; 11 и 12 – наноамперметр и электрометр; 13 – рентгеновский детектор; 14 – цилиндр Фарадея.

Результаты экспериментов комплексного исследования эффекта зарядки для сапфира и керамики Al_2O_3 приводятся на рис. 2 и рис. 3.
Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 15-02-01557).

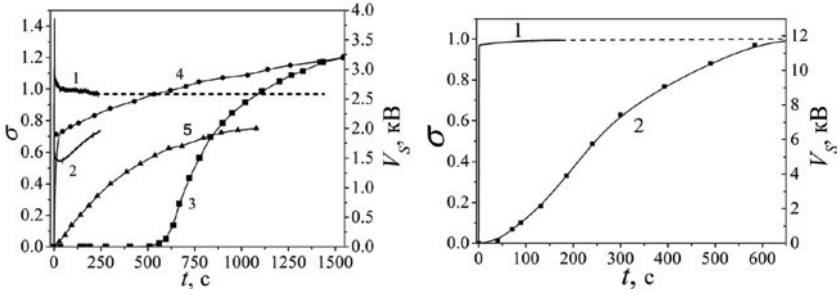


Рис. 2. (**а**) зависимость коэффициента вторичной электронной эмиссии σ(t) (1 и 2) и поверхностного потенциала V_S (3, 4 и 5) при облучении сапфира электронами с энергией E_0=5 кэВ. (1) – с плотностью тока j_0=10^{-7} A/cm^2; (2) – сапфир под пленкой Al толщиной 50 нм облученный с j_0=10^{-7} A/cm^2; (3) – j_0=10^{-5} A/cm^2; (4) и (5) – сапфир под пленкой Al толщиной 50 нм облученный с j_0=10^{-5} A/cm^2 и j_0=10^{-7} A/cm^2, соответственно. (**б**) зависимость коэффициента вторичной электронной эмиссии σ(t) (1) и поверхностного потенциала V_S (2) при облучении сапфира электронами с энергией E_0=15 кэВ и плотностью тока j_0=10^{-5} A/cm^2.

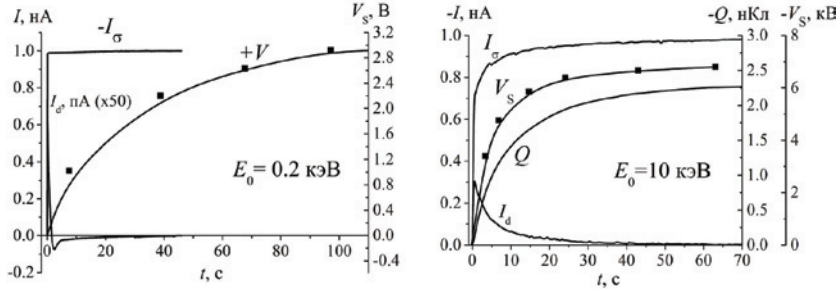


Рис. 3. Временные характеристики параметров зарядки Al_2O_3-керамики – тока ВЭ I_σ, тока смещения I_d, аккумулированного заряда Q и поверхностного потенциала V_S для двух значений энергии E_0: 0.2 кэВ **(а)** и 10 кэВ **(б).**

1. *L. Reimer, U. Golla, R.Bongeler, M. Kassens, B. Schindler, R. Senkel.* Optik, (1992), 90, 14-22.
2. *A. Melchinger, S. Hofmann.* J.Appl.Phys., (1995), 78, 6224-6232.
3. *J. Cazaux.* J. Electr. Spectrosc. Rel Phenom., (2010), 176, 58-79.
4. *Е.Н. Евстафьева, Э.И. Рау, А.А. Татаринцев.* Вестник Московского Университета. Серия физика, астрономия, (2013), 2, 34-37.
5. Э.И. Рау, Е.Н. Евстафьева, М.В. Андрианов. Физика твёрдого тела, (2008), 50, 599-607.

Профилометрия рельефа поверхности с помощью отфильтрованных по энергии вторичных и отражённых электронов в сканирующем электронном микроскопе

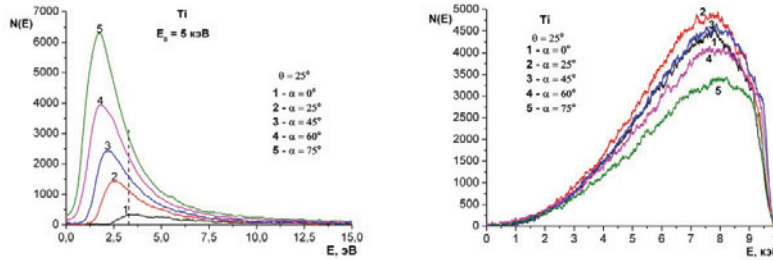
Э.И. Рау[1,2], А.А. Татаринцев[1,2], С.Ю. Купреенко[1], С.В. Зайцев[1], Д.А. Балакин[1]

1 Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва
2 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) всё чаще применяется для трёхмерного профилирования поверхностной топологии. При этом, как правило, применяется интегральный по энергиям сигнал вторичных электронов (ВЭ) [1-4] или отражённых электронов (ОЭ) [5-7].

В настоящем сообщении рассмотрены некоторые ограничения стандартных методов профилирования поверхности, связанные с угловыми направленностями эмитированных электронов и геометрией детекторов. Предложен новый подход к задаче трёхмерной реконструкции топографии поверхности, основанный на угловых зависимостях не интегральных, а дифференциальных коэффициентов эмиссии (энергетических спектров – рис. 1), дающий существенные преимущества по чувствительности к локальным наклонам поверхности (рис. 2).

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



а) *б)*

Рис. 1. Энергетические спектры электронов, эмитированных с поверхности Ti под углом θ=25° при облучении электронами с энергией E_0 для различных наклонов поверхности α: а) вторичные электроны (E_0=5 кэВ); б) отражённые электроны (E_0=10 кэВ)

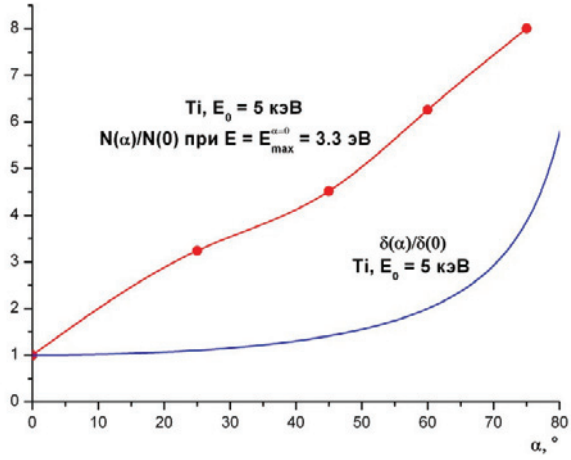


Рис. 2. Сравнительная характеристика дифференциального N(E) и интегрального коэффициентов ВЭ (расчёт по формуле и данным из [8]) в зависимости от наклона поверхности α

1. *L. Reimer, R. Böngeler, V. Desai.* Scanning microscopy, 1987, 1, 3, pp. 963–973.
2. *T. Suganuma.* Journal of Electron Microscopy, 1985, 34, 4, 328-337.
3. *K. Tanaka, K. Nishimori, K. Maeda, J. Matsuda, M. Hotta.* Transactions of ASME, 1992, 114, pp. 274-279.
4. *T. Czepkowski, W. Slowko.* Scanning, 1996, 18, pp. 433-446.
5. *J. Lebiedzik.* Scanning, 1979, 2, pp. 230-237.
6. *D. Kaczmarek.* Optica Applicata, 1997, XXVII, 3.
7. *H. Sato, M. O-Hori.* Annals of the CIRP, 1982, 31, 1, pp. 457-462
8. Y. Lin, D. C. Joy, Surf. Interface Anal., 2005, 37, pp. 895-900

Применение метода фокусированного ионного пучка для создания структур с осевой симметрией

А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград

Метод фокусированного ионного пучка (ФИП) часто используется для модификации рельефа поверхности с целью формирования наноструктур, в том числе обладающих круговой симметрией. Получаемые таким образом элементы особенно актуальны для оптических применений, в которых они используются в качестве дифракционных решеток, линз и резонаторов.

В данной работе рассмотрена стратегия сканирования, реализованная в стандартных шаблонах «круг», которая заключается в перемещении пучка по поверхности образца с шагом a_θ вдоль расположенных с шагом a_R концентрических окружностей. Если доза ионов доставляется в образец за большое число проходов, а создаваемый рельеф достаточно пологий, коэффициент распыления можно считать постоянным и равным Y_0. В этом случае форма структур может быть вычислена путем численного суммирования дозы ионов, попадающей в образец при каждой остановке пучка. На практике, однако, предпочтительно иметь выражение, позволяющее оценить основные параметры рельефа, не прибегая к численному расчету.

В данной работе получены формулы, которые позволяют описывать топологию углублений, формируемых в режиме постоянного коэффициента распыления. Предложена модификация стратегии сканирования, дающая возможность оптимизировать форму центральной части рельефа.

В рамках стандартного подхода, форма ямы с внутренним R_i и внешним R_o радиусами имеет вид

$$S(x,y) \sim \sum_{n_R=0}^{N_R} \sum_{n_\theta=0}^{N_\theta-1} F_{ion}\left[x-\left(R_i + a_R n_R\right)\cos\left(\frac{2\pi n_\theta}{N_\theta}\right), y-\left(R_i + a_R n_R\right)\sin\left(\frac{2\pi n_\theta}{N_\theta}\right)\right], \quad (1)$$

где F_{ion} – плотность потока ионов, t – время остановки пучка в точке, $N_\theta = 2\pi a_R n_R / a_\theta$, $N_R = \left(R_o - R_i\right)/a_R$ – число остановок при суммировании вдоль окружности и по радиусу соответственно.

Наиболее часто используемым представлением для F_{ion} является функция Гаусса, задаваемая значениями полного тока I_{tot} и стандартного отклонения пучка σ. Используя гауссов вид F_{ion}, теорию свертки функций в полярных координатах [1] и считая $a_\theta/\sigma \le 2$, $a_R/\sigma \le 4$ можно получить асимптотическое выражение для (1) при больших r

$$S(r) = H + \frac{R}{2}\cos\left(\frac{2\pi r}{a_R}\right), H = \frac{Y_0}{n}\frac{I_{tot}t}{a_\theta a_R}, R = 4H\exp\left(-\frac{2\pi^2\sigma^2}{a_R^2}\right), \qquad (2)$$

где n – плотность атомов в подложке, а H и R представляют собой основные параметры рельефа – глубину ямы и «шероховатость» ее дна. На рис. 1а показаны сечения вдоль диаметра углублений, полученных прямым расчетом по формуле (1) и с использованием (2) с параметрами $H \approx 250$ нм , $\sigma = 90$ нм, $a_R = 2.5\sigma$ $a_\theta = \sigma$. Из рис.1а следует, что формула (2) адекватно описывает получаемый вдали от оси углубления рельеф.

В связи с ошибками округления при вычислении N_θ, использование стандартной стратегии сканирования дает высокий выступ в центре ямы. Для оптимизации формы рельефа в этой области можно предложить выбор ненулевого значения $R_i < a_R$, благодаря которому возрастает количество ионов, вносимых в образец вблизи $r = 0$ и, тем самым, увеличивается однородность дозы. При этом для минимизации влияния округления количество точек на соответствующей окружности должно быть максимально близко к целому числу. В данной работе используется значение $R_i = 0.7a_R$. Результаты применения внесенных изменений представлены на рис. 1б, из которого видно, что они позволяют значительно улучшить форму рельефа.

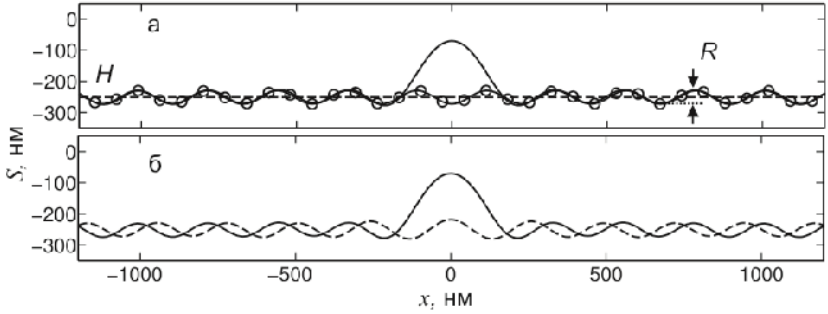


Рис.1 Профили углублений, полученные на основе аналитической формулы (2) (символьная линия) и численным суммированием (1) (сплошная линия) (а), а также до (сплошная линия) и после (штриховая линия) оптимизации стратегии сканирования (б).

Таким образом, в результате проведенного в работе анализа найдено выражение, позволяющее описывать форму получаемых методом ФИП углублений с круговой симметрией вдали от оси, а также предложен метод оптимизации процедуры сканирования в их центральной части.

1. *Baddour N.* JOSA A, 2009, 26(8),1767-1777.

Поверхностные и объёмные неоднородности быстрозакалённых металлических сплавов

В.В. Ткачев, Д.А. Полянский, В.С. Плотников, Г.С. Крайнова, А.К. Цессарская[1], А.Н. Федорец

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

Многокомпонентные металлические сплавы, получаемые путём быстрой закалки из жидкого состояния, позволяющие получать на их основе стабильные аморфные фазы, всячески исследуются на протяжении последних десятилетий. Особый интерес представляют сплавы на основе ферромагнитных 3d-металлов. В частности, интерес представляет структура поверхностей лент и распределение элементов объёме фольги, структура её поверхностей и объёма, которые непосредственно влияют на физический свойства.

Для оценки размеров поверхностных неоднородностей и их распределения были выбраны несколько образцов, получены изображения их контактных и свободных поверхностей, проведены сравнительные исследования. Задача была сравнить между собой как разные стороны одного материала, так и одинаковые стороны разных материалов. Оценить структуру поперечных и продольных срезов фольги, а также распределение элементов на поверхности и в объеме. Изображение поверхности получены на сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss Crossbeam 1540XB, обработка производилась с помощью быстрого Фурье-преобразования.

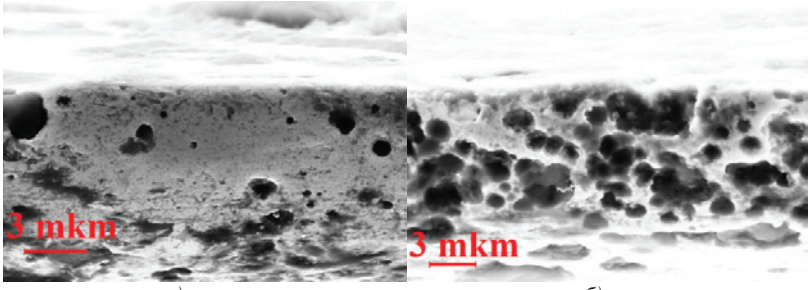
Полученные изображения структуры поперечных и продольных срезов (Рис.а,б) фольг показали, что не все образцы являются однородными. Ряд образцов, например $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$, $Fe_{55}Co_{26}Si_5B_{14}$ имеют пористую структуру, причём размер пор может достигать 2 мкм и составлять до 25% от толщины фольги.

Интересен механизм возникновения пористой структуры в ряде образцов. Нами было выдвинуто предположение что она имеет кавитационное происхождение, является некоторым аналогом ультразвуковой кавитации в жидкостях, с той разницей что высокая вязкость жидкого металла в моменты времени перед застыванием не позволяет пузырькам достичь резонансных размеров и схлопнуться, и их ансамбль остаётся зафиксированным. Вопрос о воздействиях. Запускающих кавитацию, пока остаётся открытым.

Затем был проведен анализ элементного состава поверхности для фольги ($Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$), 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, 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%, Si 5,9%). В обнаружен не был, зато был обнаружен C (5,9%). Тонкая плёнка C образующаяся на поверхности образцов в результате взаимодействия с окружающей средой и электронным пучком приводит к затенению пиком углерода пика бора. Вычитание углеродного пика позволило получить данные о распределении элементов на поверхности и по толщине. Оно оказалось изотропным для объёма и поверхности.



а) *б)*

Рис 1. РЭМ-изображение аморфной фольги $Fe_{55}Co_{26}Si_5B_{14}$, полученной на Carl Zeiss CrossBeam 1540XB а) Случайное место на боковой стороне фольги; б) Пористая структура на боковой поверхности фольги.

Работа была выполнена при поддержке научного фонда ДВФУ 14-4-007.

Секция 5.
Сканирующая зондовая микроскопия

Исследование резистивных свойств макета мемристорных структур на основе оксида титана методом атомно-силовой микроскопии

В.И. Авилов, В.А. Смирнов, Л.Р. Саубанова

Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета, 347922, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2, Россия

Одним из направлений развития современных вычислительных устройств является изготовление и исследование перспективных элементов наноэлектроники на основе новых свойств. К таким свойствам относят проявляющийся в различных наноразмерных структурах мемристорный эффект, который может найти свое применение в изготовлении элементов резистивной энергонезависимой памяти, обладающей высоким быстродействием и низкой потребляемой мощностью. Перспективным материалом для формирования мемристорных структур является оксид титана, поэтому целью данной работы является изготовление макета ячейки памяти на основе мемристорных оксидных наноразмерных структур (ОНС) титана и исследование их резистивных свойств с использованием методов атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Для проведения экспериментальных исследований был изготовлен макет элемента RRAM, состоящий из 16 ОНС (**Рис. 1, б**). Для этого на тонкой пленке титана с использованием растрового электронного микроскопа Nova NanoLab 600 (FEI Company, Нидерланды) методом фокусированных ионных пучков (ФИП) формировались структуры нижних контактов. Затем методом локального анодного окисления (ЛАО) на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro ("НТ-МДТ", Россия) формировались 16 ОНС титана с латеральными размерами 300×300 нм и высотой 6 нм (**рис. 1,а**). После чего методом ФИП формировались структуры верхних контактов. Исследование электрических характеристик полученных структур проводилось в контактном режиме АСМ.

В результате измерения вольтамперных характеристик полученных структур было показано, что данные ОНС титана проявляют мемристорный эффект без проведения дополнительных операций электроформовки или легирования ионами кислорода (**Рис. 1, в**). Анализ полученных ВАХ показал, что ОНС титана, полученные методом ЛАО обладают равномерным мемристорным эффектом. При приложении напряжения +5 В данные структуры переключаются в состояние с сопротивлением 11,2±3,1 ГОм, а при приложении напряжения –5 В переключаются в состояние с сопротивление 0,7±0,1 ГОм, при этом отношение сопротивлений между состояниями составляет 16.

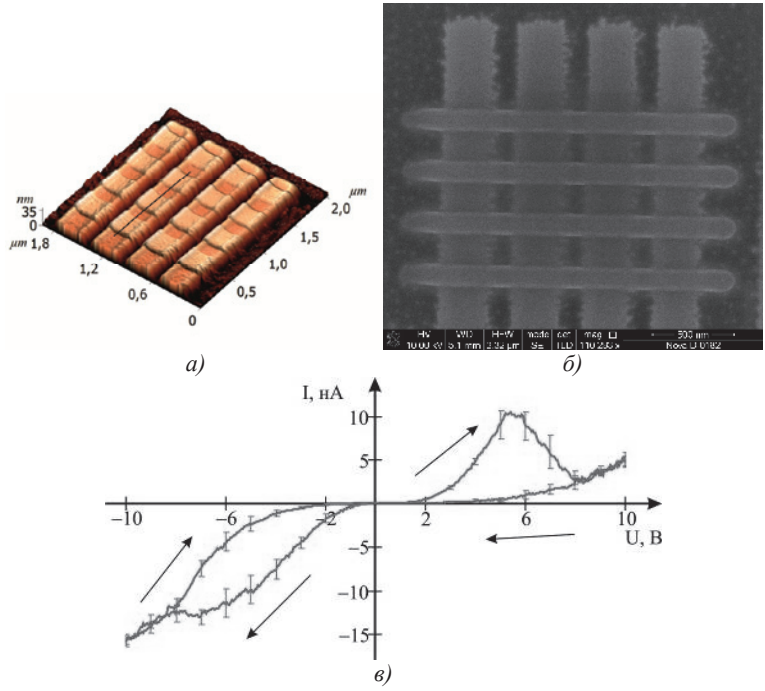


Рис. 1. Результаты исследования макета элемента RRAM: а) – АСМ-изображение массива из 16 мемристорных ОНС титана, б) – РЭМ-изображеие макета элемента RRAM в) – усредненная ВАХ, измеренная на поверхности ОНС титана

Полученные результаты могут быть использованы при разработке конструкции и технологических процессов изготовления элементов RRAM на основе оксидных наноразмерных структур.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания №2014/174 (проект № 1936).

Силовая зондовая литография наноразмерных структур

О.А. Агеев, Р.В. Томинов, В.А. Смирнов, К.В. Дьяков

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

Успех изготовления памяти с высокой степенью интеграции элементов зависит от предела разрешающей способности метода, применяемого для формирования структур на поверхности образца. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) позволяет получать структуры в нанометровом масштабе и обладает высокоточным инструментом визуализации и анализа полученных результатов. Одним из приложений СЗМ является силовая зондовая нанолитография, которая позволяет формировать профилированные наноразмерные структуры (ПНС) в виде окон-углублений на поверхности полимерного защитного слоя с помощью острия зонда [1]. Через полученные структуры можно проводить плазмохимическое травление нижележащего слоя кремния. Слой полимера при этом играет роль маски. Для успешного применения данной методики профилирования поверхности кремния возникает необходимость определения зависимости глубины травления слоя кремния от геометрических параметров ПНС, что и является целью данной работы.

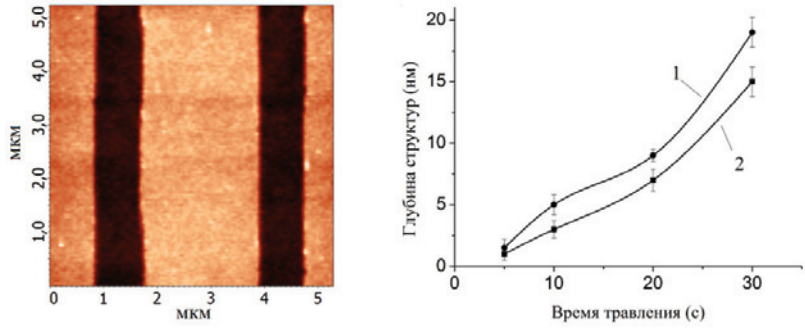
В работе был использован позитивный фоторезист марки ФП-383, смешанный с разбавителем РПФ-383 в соотношении 1:15. Данный раствор наносился на разные подложки кремния с площадями 1±0,5 см^2 методом центрифугирования при скорости вращения 5500 об/мин. Полученные образцы сушились в печи при 90°С в течении 10 минут (Центр коллективного пользования научным и технологическим оборудованием "Микросистемная техника и интегральная сенсорика" ФГАОУ ВО "Южный федеральный университет"). В результате были получены резистивные пленки толщиной 23±2 нм.

Силовая зондовая нанолитография на поверхности фоторезиста проводилась на сканирующем зондовом микроскопе (СЗМ) Solver P47 Pro (НТ-МДТ, Россия) в контактном режиме АСМ с использованием кантилевера марки NSG-11. В результате на каждом из образцов были получены ПНС в виде канавок с толщинами 1,00±0,12 мкм и 0,15±0,04 мкм.

На следующем этапе осуществлялось селективное плазмохимическое травление подложек кремния через сформированные на поверхности фоторезиста ПНС при следующих режимах: поток газов SF6-15 Ar-100, мощность емкостной плазмы 50 Вт, мощность индуктивно-связанной плазмы 300 Вт, давление 1-2 Па, температура 30°С. Образцы травились 5, 10, 20, 30 секунд.

Затем слой фоторезиста удалялся в диметилформамиде. На рис. 1,а представлено АСМ-изображение сформированных кремниевых структур, полученных в полуконтактном режиме.

В результате были построены зависимости глубины структур на поверхности кремния от времени травления для различной ширины канавок на поверхности маски фоторезиста (рис. 1,б). Из анализа результатов следует, что при уменьшении размеров ПНС на поверхности маски, глубина структур на поверхности кремния уменьшается при одинаковом времени травления.



а) *б)*

Рис.1. Экспериментальные результаты: а) АСМ-изображение ПНС на поверхности кремния, сформированных методами силовой зондовой нанолитографии и селективного плазмохимического травления; б) зависимость глубины структур на поверхности кремния от времени травления при различной ширине структур на поверхности маски фоторезиста: 1,00±0,12 мкм (1) и 0,15±0,04 мкм (2)

Полученные результаты могут быть использованы при разработке конструкции и технологических процессов изготовления элементов микро- и наноэлектроники, микро- и наносистемной техники методами зондовых нанотехнологий

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки Российской Федерации в рамках выполнения Государственного задания (проект № 1936).

1. *Д.А. Бизяев, А.А. Бухараев, Д.В. Лебедев, Н.И. Нургазизов, Т.Ф. Ханипов* // Наночастицы и нанопроволоки никеля, полученные с помощью сканирующей зондовой литографии методом точечного индентирования. Письма в ЖТФ, 2012, Т. 38. №.14. с. 8 – 15.

Комплексное исследование морфологии рельефа и электрических характеристики пленок золота и серебра методом сканирующей туннельной микроскопии

А.С. Антонов, Д.В. Иванов, И.И. Иванова, Н.Ю. Сдобняков

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

В результате проведенного исследования показано, что напыление тонких металлических пленок на диэлектрической подложке позволяет приготовить образцы, удовлетворяющие требованиям при работе со сканирующим зондовым микроскопом в режиме сканирующего туннельного микроскопа. При этом сохраняется информация об особенностях морфологии отдельных объектов поверхности размером менее 100 нм (см. рис. 1-2).
На примере образцов «серебро/слюда» и «золото/слюда» нами определены линейные размеры отдельных объектов поверхности (впадин и пиков), том числе определены факторы, влияющие на формирование рельефа образца. Отдельные участки профиля и поверхности исследованы на наличие фрактальных структур (см. рис. 3-4).

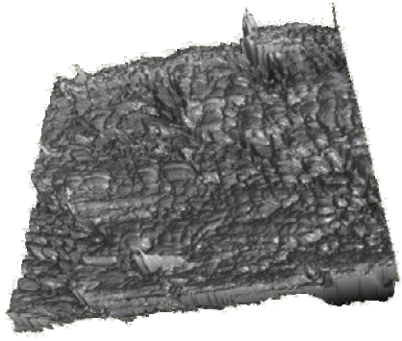


Рис. 1. 3-d изображение нанопокрытия серебра на слюде, полученное с помощью сканирующего туннельного микроскопа (размер 545 нм х 545 нм).

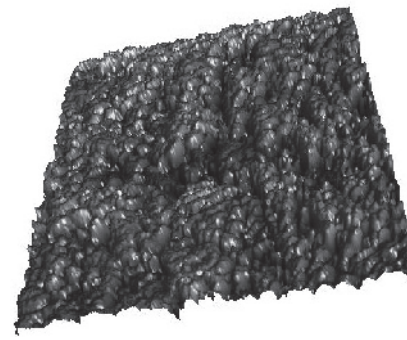


Рис. 2. 3-d изображение нанопокрытия золота на слюде, полученное с помощью сканирующего туннельного микроскопа (размер 505 нм х 505 нм).

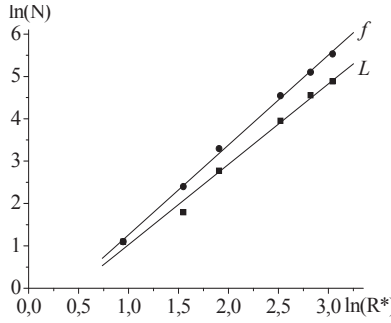


Рис. 3. Зависимость числа частиц от приведенного размера $R^* = R / a$ кластера для всей поверхности образца «серебро на слюде». Фрактальные размерности исследуемого образца: профиль – $D_L = 1{,}90 \pm 0{,}09$, поверхность – $D_f = 2{,}11 \pm 0{,}04$.

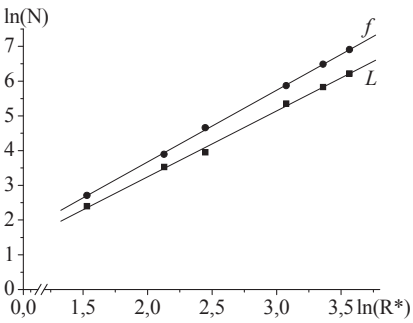


Рис. 4. Зависимость числа частиц от приведенного размера $R^* = R / a$ кластера для всей поверхности образца «золото на слюде». Фрактальные размерности исследуемого образца: профиль - $D_L = 1{,}90 \pm 0{,}05$, поверхность - $D_f = 2{,}07 \pm 0{,}02$.

Установлено, что система кластеров на поверхности исследуемого нами образца является фрактальной. Кроме того, для каждого кластера в отдельности зависимость натурального логарифма частиц от натурального логарифма размера кластера близка к линейной, что позволяет в целом считать структуру отдельных кластеров профиля и поверхности фрактальной. Исследование вольт-амперной характеристики контакта металл-металл для образца серебра с острием из вольфрама показывает, что экспериментальные результаты свидетельствуют о необходимости тщательного учета параметров, влияющих на туннельный ток, для извлечения информации об электронной структуре образца (рис. 5-6).

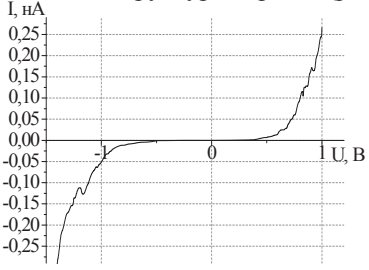


Рис. 5. ВАХ туннельного контакта системы вольфрам – серебро на слюде.

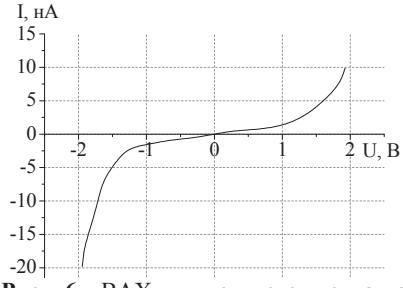


Рис. 6. ВАХ туннельного контакта системы вольфрам – золото на слюде.

Структурные характеристики наночастиц оксида цинка

Н.Ш. Ашуров, В.О. Кудышкин, С.М. Югай, Н.Р. Ашуров, С.Ш. Рашидова

Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз, (ИХФП АН РУз) 100128, г. Ташкент, ул. А. Кадыри 7б, e-mail: ashnana2001@yahoo.com

В последнее время среди известных преобразователей солнечной энергии в электрическую зарекомендовали себя ячейки на основе перовскитов. Простота технологии изготовления, легкость и высокие конверсионные показатели (более 20 %) лежат в основе готовности их коммерциализации.

Одним из ключевых компонентов разнообразных рецептур на основе перовскита являются полупроводники n-типа. В качестве последнего наиболее успешное применение нашли оксиды титана и цинка. Учитывая требования, к формированию ячеек на гибких полимерных субстратах, особой интерес представляют низкотемпературные, растворные методы синтеза наночастиц оксида цинка

Оксид цинка является полупроводником с широкой запрещенной зоной (E=3.37 эВ) и со структурой вюрцита, который относится к кристаллам с гексагональной сингонией.

Благодаря большой энергии связи экситона (60 мэВ), оксид цинка имеет широкие перспективы использования в приборах коротковолновой оптоэлектроники. Наноструктуры на основе оксида цинка, имеют широкий потенциал для их практического использования в новых эффективных источниках света, ультрафиолетовых лазерах, элементах памяти, детекторах и солнечных элементах [1].

В настоящей работе было проведено исследование структурных характеристик оксидов цинка полученные низкотемпературным, растворным методом синтеза наночастиц оксида цинка который имеют особой интерес в формированию ячеек на гибких полимерных субстратах.

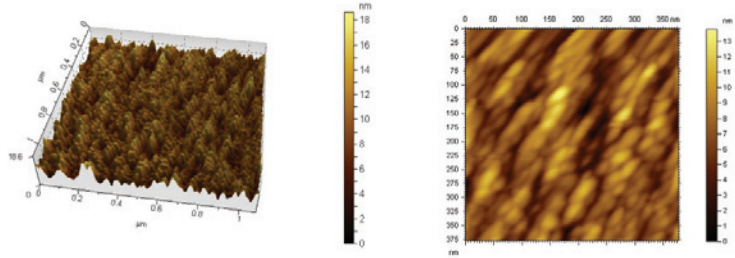


Рис. 1. Топография поверхности наночастиц оксидов, цинка полученные низкотемпературным, растворным методом синтеза, снятые с использованием атомно-силового микроскопа Agilent 5500

Для осуществления синтеза оксида цинка был выбран метод взаимодействия ацетата цинка с КОН в спиртовых растворах.

Методом атомно-силовой микроскопии было установлено, что полученный оксид цинка представляет собой наночастицы сферической формы, размеры которых находятся в области от 10 нм до 50 нм, распределение наночастиц по размерам и их форма зависит от условий синтеза (рис.1.). Для осуществления роста кристаллов в

заданном направлении варьировали условия синтеза и определили подходящие условия для получения наночастиц оксидов цинка, для их успешного применения в солнечных ячейках.

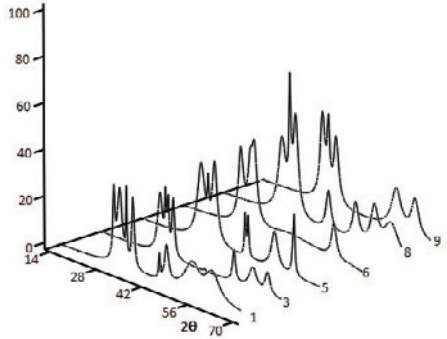


Рис.2. Дифрактограмма наночастиц оксидов цинка

По данным рентгеноструктурного анализа оксидов цинка под номером от 1 до 9, которые, отличаются условиями синтеза: различаются размерами кристаллитов, а также энергией запрещенной зоны. На дифрактограммах (рис.2.) наблюдаются характерные рефлексы кристаллической структуры при $2\theta=32^{o}$, 34.8^{o}, 36.6^{o}, 48^{o}, 57^{o} и 63.4^{o}, которые связаны с межплоскостными расстояниями (010), (002), (011), (012), (110), (013).

Для некоторых образцов наблюдается изменение интенсивности и ширины области когерентного рассеяния, а также появляются полосы при $2\theta=57^{o}$ градусов, которые связаны с плоскостями (110) кристаллической структуры, и наблюдается исчезновение полос, связанных с межплоскостными расстояниями (012) и (013).

В процессе идентификации параметров элементарных ячеек было определено, что синтезированный оксид цинка имеет гексагональную сингонию с параметрами ячеек, отличающихся по условию синтеза и находящегося в области, a=3.221 Å и c=5.162 Å, которые хорошо согласуются с литературными данными [2].

Такие изменения параметров ячеек может быть объяснены химическими и физическими процессами, проходящими при синтезе оксидов цинка, дающие возможность управлять ростом кристаллитов в заданном направлении ориентации, которые играют важную роль в формировании солнечных ячеек.

Также была оценена энергия запрещенной зоны образцов, которая связана с протекающими процессами во время синтеза, а также от условий и находится в области 3.35- 3.67 эВ.

Таким образом, методом атомно-силовой микроскопии были оценены размеры, форма и распределение наночастиц оксида цинка, и методом ренгеноструктурного анализа определены межплоскостные расстояния и параметры элементарных ячеек.

Список литературы

1. *Ozgur U., Alilov Y.I., Liu C. et al.* // J. Appl. Phys. 2005. Vol. 98. P. 041, 301.

2. *Буранов В.С., Тарасенко Н.В., Невар Е.А., Недельк о М.И.* // Журнал технической физики, 2011, том 81, вып.2.

Структурные характеристики пленок перовскита, используемого в солнечных ячейках

Н.Ш. Ашуров, С.М. Югай, Н.Р. Ашуров, С.Ш. Рашидова

Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз, (ИХФП АН РУз) 100128, г. Ташкент, ул. А. Кадыри 7б, e-mail: ashnana2001@yahoo.com

В настоящее время в мире ведутся исследования по нескольким видам солнечных батареек третьего поколения: тандемные солнечные батарейки; солнечные батарейки, использующие сдвиг оптической частоты; солнечные батарейки, содержащие квантовые точки (наноструктуры с трехмерным ограничением носителя заряда), проявляющих эффект множественной генерации экситонов (связанная пара электрона с дыркой) при поглощении одного фотона; многоуровневые солнечные батарейки, включающие наноструктуры; солнечные батарейки на основе квантовых точек с горячими носителями. На сегодняшний день солнечные элементы на основе перовскита представляет большой интерес исследователей, работающих в этой области науки.

Наибольшие успехи достигнуты с использованием перовскитов в качестве абсорберов солнечного излучения, конверсионные показатели которых за период 2013-2015 гг. были увеличены с 3 до 20 %. По мнению многих специалистов будущее энергетики связано с солнечными ячейками на основе перовскитов.

Прекрасные полупроводниковые характеристики, хорошие абсорбционные свойства (поглощение вплоть до 820 нм), возможность использования растворных методов конструирования ячеек, как в планарной конфигурации между слоями транспортирующие электроны и дырки, так и их мезопористой подложки на основе оксидов металлов, высокая технологичность составляют основу такого прогноза.

Ключевым аспектом при формирование подобных ячеек является морфология, кристаллическая структура и степень кристалличности и уровень покрытия подложки перовскитом.

В настоящей работе были получены пленки перовскита на основе метиламмония йодистого свинца и исследованы их структурные характеристики, а также изучены их оптические свойства.

Атомно-силовой микроскопией (АСМ) проведены исследование тонких пленок перовскитных структур, полученных методом spin coating в различных растворителях, с варьированием соотношения компонентов и условиями отжига (рис.1.).

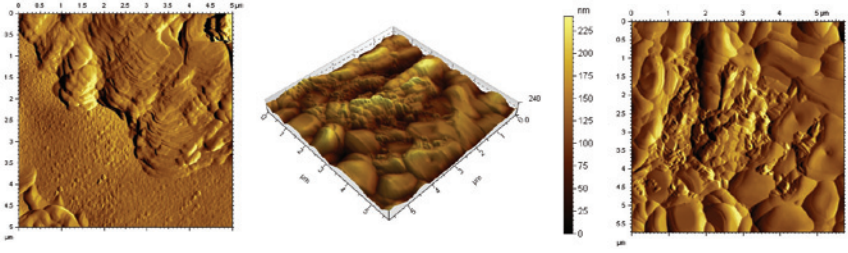


Рис. 1. Топография поверхности перовскитной структуры, метиламмония йодистого свинца полученные с варьированием скорости вращения метода нанесения spin coating, и температуры отжига, снятые с использованием атомно-силового микроскопа Agilent 5500

Как видно из АСМ исследования полученные образцы отличаются по размерам кристаллитов, которые играют важную роль при транспортировке электронов и дырок. Эти данные также были подтверждены методом рентгеноструктурного анализа.

Для полученных пленок перовскита наблюдаются рефлексы плоскостей (110), (200), (220), (310), (312), (224) и (314), по которым были рассчитаны параметры ячеек.

Для каждой плоскости были рассчитаны межплоскостные расстояния, которые принимают значения $d_{(110)}$= 6.109 Å, $d_{(200)}$= 4,35 Å, $d_{(220)}$= 3,105 Å, $d_{(310)}$= 2,77 Å, $d_{(312)}$= 2,54 Å, $d_{(224)}$= 2,20 Å, $d_{(314)}$= 2,08 Å. Элементарная ячейка перовскита в полученных пленках имеет тетрагональную сингонию и параметры ячеек имеют значения a=8,765 Å, c=12,551 Å .

Размер кристаллитов, рассчитанный по формуле Дебая-Шеррера, по уширению линии составляет в плоскостях $L_{(110)}$=291,3 Å, $L_{(220)}$=299,01 Å, $L_{(224)}$=231,33 Å.

Оптические исследования показали, что перовскит на основе метиламмония йодистого свинца является хорошим адсорбером для солнечного излучения, который поглощает от ультрафиолетового диапазона до инфракрасной области солнечного спектра.

Таким образом, атомно-силовой микроскопией были оценены размеры, форма кристаллов перовскитных структур на основе метиламмония йодистого свинца, и методом ренгеноструктурного анализа определены межплоскостные расстояния и параметры элементарных ячеек. Также методом ультрафиолетовой спектроскопии и видимого диапазона показано, что перовскит на основе метиламмония йодистого свинца является хорошим адсорбером для солнечного излучения, который поглощает от ультрафиолетового диапазона до инфракрасной области солнечного спектра.

Исследование методами магнитно-силовой микроскопии магнитной анизотропии микрочастиц, наведенной механической деформацией

А.А. Бухараев[1,2], Д.А. Бизяев[1], С.А. Зиганшина[1], Н.И. Нургазизов[1,2], Т.Ф. Ханипов[1], А.П. Чукланов[1]

1 Казанский физико-технический институт КазНЦ РАН, г. Казань, Россия
2 Казанский (Приволжский) федеральный университет, Институт физики, г. Казань, Россия

Процессы перестройки намагниченности в ферромагнитных частицах в настоящее время интенсивно исследуются. Это связано с бурным развитием современной микроэлектроники, необходимостью создания сред с возможностью сверхплотного хранения информации и требованием уменьшения энергии, необходимой для записи этой информации. Один из вариантов уменьшения энергии, необходимой для записи информации на магнитную частицу, – это создание в ней механических напряжений [1]. За счет магнитоупругого эффекта можно снизить энергию, необходимую для изменения магнитного состояния частицы.

Настоящая работа посвящена изучению с помощью магнитно-силовой микроскопии (МСМ) изменений в структуре намагниченности изолированных пермаллоевых квадратных микрочастиц, вызванных упругими механическими напряжениями. Магнитоупругая анизотропия частицы напрямую связана с тензором напряжения, индуцированного упругой механической деформацией частицы [2]. Поэтому, сравнивая модельные и экспериментальные МСМ изображения микрочастиц, можно оценить величину наведенной в них магнитоупругой анизотропии.

Исследовались отдельно расположенные на расстоянии 7 мкм друг от друга микрочастицы пермаллоя $Ni_{75}Fe_{25}$ с размерами 25×25×0.03 мкм^3. Упругие напряжения в них создавались по методике, аналогичной описанной в работе [2]. Было изготовлено два типа образцов. Для образцов первого типа на поверхность тонкой плоской (не изогнутой) стеклянной подложки накладывалась металлическая маска в виде сетки с квадратными отверстиями 25×25 мкм^2. Для образцов второго типа такая же металлическая сетка закреплялась на поверхности изогнутой подложки. Различный изгиб подложки осуществлялся за счет размещения под ней металлической проволоки разной толщины (от 20 до 110 мкм) и закреплением краев подложки специальными держателями. Далее, одновременно на оба образца проводилось напыление пермаллоя (Py) толщиной 30 нм в сверхвысоком вакууме на установке Multiprobe P (Omicron).

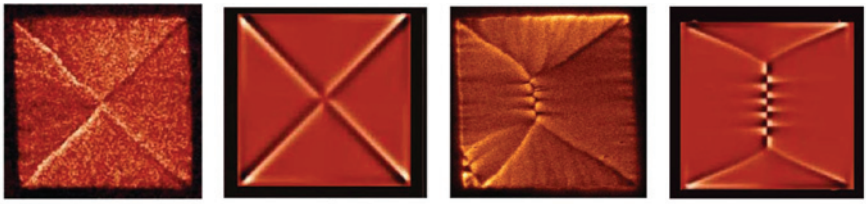


Рис. 1. Экспериментальные (а, в) и соответствующие им модельные (б, г) МСМ изображения микрочастицы Ру в исходном (а, б) и в упругодеформированном состоянии (в, г).

После завершения напыления образцы извлекались на воздух из держателей. В образцах второго типа при распрямлении изогнутой подложки микрочастицы Ру испытывали одноосную деформацию сжатия. Изменения структуры намагниченности, индуцированные механическими напряжениями, изучались с помощью Solver P47 Pro (NT-MDT). Экспериментальное МСМ изображение микрочастиц в исходном состоянии имеет типичный вид для частиц Ру такого размера и формы и отображает наличие четырех доменов одинаковой формы, разделенных доменными стенками в виде креста (рис. 1а). Под действием сжатия доменные стенки в частице смещаются, а в центре появляется характерная перемычка (рис. 1в), вид и размер которой зависел от степени сжатия микрочастицы. Для того чтобы сопоставить полученные МСМ изображения с распределением намагниченности в частице использовалось компьютерное моделирование в программе OOMMF и созданная нами ранее программа «Виртуальный МСМ». При моделировании задавались размеры частицы и варьировалось значение намагниченности насыщения (M_0), и эффективное поле анизотропии ($H_к$). Для прямоугольных микрочастиц пермаллоя исследуемого состава основной вклад в $H_к$ вносит поле магнитоупругой анизотропии. Для приведенных на рис.1 модельных МСМ изображений, наиболее близкое совпадение с экспериментальными было получено при значениях $H_к = 0.7$ мТл, $M_0 = 889$ кА/м для частиц исходного первого образца и $H_к = 2.23$ мТл, $M_0 = 895$ кА/м для упруго сжатых частиц второго образца.

Таким образом, сравнительный анализ экспериментальных и смоделированных МСМ изображений от микрочастиц позволил оценить величину наведенной в них локальной магнитоупругой анизотропии.

1. *А.И. Морозов*. ФТТ, 2014, 56, 833-840.
2. *Б.А. Беляев, А.В. Изотов.* ФТТ, 2007, 49, 1651-1659.

Сканирующая зондовая микроскопия эластомеров, наполненных функционализированным шунгитом

Х.Х. Валиев, В.Р. Ван, Ю.Н. Карнет, Ю.В. Корнев, Н.А. Семенов, М.С. Шафоростова, О.Б. Юмашев

ФГБУН Институт прикладной механики Российской Академии наук, г. Москва

Ранее нами была разработана технология получения нанодисперсного шунгита из исходного минерала (ООО НПК «Карбон - Шунгит», Карелия, Россия) [1]. Было показано, что при введении этого наполнителя в состав эластомерных материалов на основе каучука СКС-30 АРК происходит существенное усиление деформационно-прочностных свойств таких композитов. В связи с тем, что в состав используемого шунгита входит примерно 30% углерода и 60% двуокиси кремния существует возможность дальнейшего повышения эффективности наношунгита в качестве активного наполнителя за счет повышения прочности связи силикатной составляющей наполнителя с полимерной матрицей.

Для этого проведена химическая модификация поверхности шунгита органосиланом TESPT - Бис [3-(триэтоксисилил) пропил] тетрасульфид (Aldrich Chemistry, США) в количестве 1, 2 и 4 массовых частей на 100 массовых частей каучука. В одних опытах TESPT вводился в планетарную шаровую мельницу РМ -100 (Retsch, Германия) для механо – химической обработки вместе с микрошунгитом в процессе получения наношунгита. В других экспериментах TESPT вводился непосредственно в резиносмеситель при смешении наполнителя с каучуком. Приготовление эластомерных композитов проводилось в лабораторном смесителе HAAKE Rheomix (Germany) с объемом камеры 250 см ^{3}.

Исследование структуры поверхности полученных функционализированных микро и наночастиц шунгита проводилось с помощью сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) easyScan (Nanosurf, Швейцария) с использованием дополнительной моды фазового контраста. СЗМ снимки топографии и материального контраста поверхности синтезированных эластомерных композитов позволили непосредственно визуализировать распределение частиц наполнителей в матрице каучука СКС–30–АРК. Данные микроскопии диагностируют неравномерное распределение исходного микроразмерного шунгитового наполнителя в резиновой матрице. Превалирующий размер агрегатов шунгита остается в микронной области. Распределение агрегатов и агломератов шунгита, обработанного в шаровой мельнице, в каучуковой матрице существенно более однородно, причем размер первичных частиц наполнителя уже находится в нанометровом диапазоне. Анализ снимков СЗМ показывает, что использование TESPT в ка-

честве химического модификатора шунгита существенно улучшает однородность распределения агрегатов и агломератов наношунгита в матрице каучука СКС – 30АРК.

Результаты исследования СЗМ дополнены изучением физико-механических свойств синтезированных композитов. Вязкоупругие свойства эластомеров исследовались на реометре RheoStress® RS 150 (HAAKE GmbH, Германия). Кинетика вулканизации изучалась на анализаторе RPA 2000 (Alpha Technologies, США). Измерение удельной поверхности проводилось по методу Брунауэра-Эммета-Теллера (БЭТ). Деформационно-прочностные характеристики композитов определялись на разрывной машине UTS-10 (Ulm, Германия) по методике ГОСТ 270-75.

Полученные результаты хорошо коррелируют с данными СЗМ исследования. Установлено, что функционализация наношунгитового наполнителя с помощью органосилана TESPT существенно повышает упруго – прочностные свойства исследованных эластомерных композитов.

Также показано, что введение малых концентраций (1 - 2 массовых частей) TESPT на стадии помола наполнителя эффективнее, чем на стадии смешения. При этом повышение концентрации до 4 массовых частей ведет к снижению влияния модификатора на свойства резины при введении его на стадии помола, тогда как при введении TESPT на стадии смешения эффективность усиления продолжает линейно возрастать. Это может объясняться тем, что часть органосилана введенная на стадии помола сорбируется в порах шунгита, и в реакцию с каучуком вступает только ограниченная часть модификатора оставшаяся на поверхности частиц наполнителя, в то время как при введении в смесь в процессе смешения реагирует с каучуком весь органосилан, образуя поперечные связи.

Таким образом, введение органосиланового модификатора TESPT в состав эластомерных материалов, наполненных нанодисперсным минералом шунгит, оказывает существенное влияние на весь комплекс физико-механических свойств синтезированных композитов.

Проводится обсуждение полученных результатов с помощью представлений о сформированной структуре межфазного слоя и роли электронных взаимодействий в определении свойств исследованных эластомеров.

1. *Yu.G. Yanovsky, E.A. Nikitina, Yu.N. Karnet, Kh.Kh. Valiev, O.B. Yumashev, N.A. Semenov*. Physical Mesomechanics. 2014, Vol. 17, Issue 1, pp. 39-49

Влияние топологической структуры полимерного стабилизатора на морфологию ZnSe-содержащих наносистем

С.В. Валуева, Т.Е. Суханова, М.Э. Вылегжанина, А.А. Кутин, И.В. Иванов, А.В. Якиманский

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр., 31, Россия

Гибридные полимерные наносистемы, содержащие наночастицы селенида цинка (ZnSe), представляют большой интерес, поскольку обладают уникальными фотоэлектрическими, полупроводниковыми и рентгеночувствительными свойствами [1]. Одним из наиболее перспективных приложений является их использование в качестве компонента при получении сенсибилизаторов для фотодинамической терапии в онкологии [2].

В работе методами АСМ, ПЭМ и УФ-спектроскопии изучена морфология, характер самоорганизации и спектральные характеристики наносистем на основе наночастиц ZnSe, стабилизированных полимерами с различной топологической структурой: линейной – полиметакриловая кислота (ПМАК), или со структурой полимерной «щетки» – регулярно привитой сополиимид с узко дисперсными боковыми цепями (соПИ-МАК), без и в присутствии фотосенсибилизатора (ФС). При анализе АСМ-изображения поверхности тонкой пленки, полученной из водного раствора бинарной наносистемы с полимерной «щеткой» (ZnSe/соПИ-МАК) обнаружены две популяции разных по морфологии и характеру самоорганизации объектов: изолированные наноструктуры (НС) сферической формы с размерами 35÷100 нм и кольцевые ассоциаты, состоящие из нескольких НС (Рис. 1а). Напротив, в тонкой пленке, полученной из раствора бинарной наносистемы с линейным полимером (ZnSe/ПМАК) ассоциатов не наблюдается, обнаружены отдельные НС сферической формы с размерами 25÷100 нм (Рис. 1б). В тройной наносистеме со «щеткой» (ZnSe/соПИ-МАК/ФС), одновременно сосуществуют два типа морфологии – изолированные сферические НС и цилиндрические мультидоменные мицеллы в виде «разомкнутых ожерелий» (Рис. 1в). Для тройной наносистемы с линейным полимером ZnSe/ПМАК/ФС характерна ленточная фибриллярная морфология (Рис. 1г). На ПЭМ микрофотографии тройной наносистемы со «щеткой» (Рис. 1д) хорошо видны отдельные сферические НС и ассоциаты из мицелл. Обнаруженное различие в морфологии и характере самоорганизации для тройных наносистем, содержащих полимерные стабилизаторы разной

топологической структуры, обусловливает различные спектральные характеристики синтезированных наносистем (Рис. 1е).

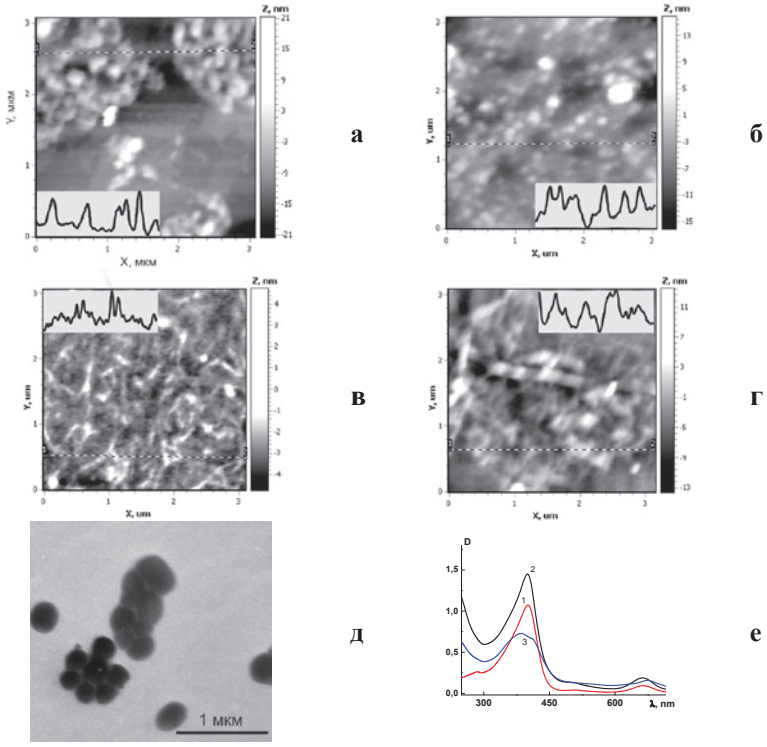


Рис. 1. АСМ изображения топографии поверхности (а-г) и ПЭМ микрофотография (д) наносистем ZnSe/соПИ-МАК (а), ZnSe/ПМАК (б), ZnSe/соПИ-МАК/ФС (в, д) и ZnSe/ПМАК/ФС (г). Зависимости оптической плотности D от длины волны λ (е) для свободного ФС – кривая 1, и тройных наносистем ZnSe/соПИ-МАК/ФС – кривая 2, ZnSe/ПМАК/ФС – кривая 3.

1. *Суханова Т.Е., Валуева С.В., Вылегжанина М.Э. и др.*// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014**.** Т. 8. № 5. С. 81-91.
2. *Sukhanova T.E., Gelfond M.L., Bershtein V.A., Valueva S.V., Vylegzhanina M.E., Volkov A.Ya., Kutin A.A., Matveeva G.N.* Ch. 9 in «Photodynamic Therapy: Fundamentals, Applications and Health Outcomes». Nova Science Publishers, Inc., New York. USA. 2015. Ed. A. G. Hugo. P. 207-224.

Исследование наноматериалов на основе имидсодержащих термоэластопластов методами АСМ и наноиндентирования

М.Э. Вылегжанина[1], Т.А. Кузнецова[2], А.Л. Диденко[1], Т.И. Зубарь[2], К.А. Судиловская[2], В.М. Светличный[1], В.В. Кудрявцев[1], С.А. Чижик[2], Т.Е. Суханова[1]

[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр., 31, Россия
[2]Институт тепло-и массообмена им. А.В. Лыкова НАНБ, 220072, г. Минск, ул. П. Бровки, 15, Беларусь

В работе методами АСМ и наноиндентирования (НИ) изучены гибридные наноматериалы, на основе мультиблочных(сегментных) сополиимидов (соПИ), модифицированных путем введения кремнийорганических полисилоксановых сополимеров (MQ-смол). Такие материалы обладают повышенной термоокислительной и термической стабильностью и могут быть использованы в качестве термо- и износостойких покрытий, а также первапорационных мембран для выделения ароматических углеводородов из их смесей [1,2].

АСМ исследование поверхности композитных пленок с различным процентным содержанием MQ-смолы (от 1.5 до 15 масс.%) показало, что поверхность исходного соПИ имеет зернистый характер (размер зерна ~50 нм), обнаружено большое количество нано- (30÷100нм) и микропор (1÷2 мкм) (Рис.1а), при этом пленка имеет одинаковый коэффициентом трения ($К_{тр}$), характерный для однофазного материала. При введении 1.5 масс.% наполнителя поры практически исчезают, поверхность сглаживается. При дальнейшем повышении содержания MQ-смолы (11 масс.%) в композиции происходит формирование сначала губчатой морфологии (Рис. 1б), а затем при 15 масс.% наблюдается микрофазовое расслоение (Рис. 1в). При этом поры и каверны имеют серый цветовой контраст ($К_{тр}$= 0.017, $F_{тр}= 6.2 \cdot 10^{-11}$ Н), отличающийся от светлого контраста ($К_{тр}$= 0.02, $F_{тр}= 7.8 \cdot 10^{-11}$ Н) гладкой поверхности образца (Рис. 1г), то есть содержат фазу с более низким $К_{тр}$, что подтверждается методом НИ. Установлено, что значения локального модуля упругости исследованных образцов в 2.5 раза выше, чем их макроскопические характеристики механических свойств. Это различие можно объяснить упрочнением материала в зоне деформации из-за значительных ограничений пластической релаксации в области наноконтакта при наноидентировании.

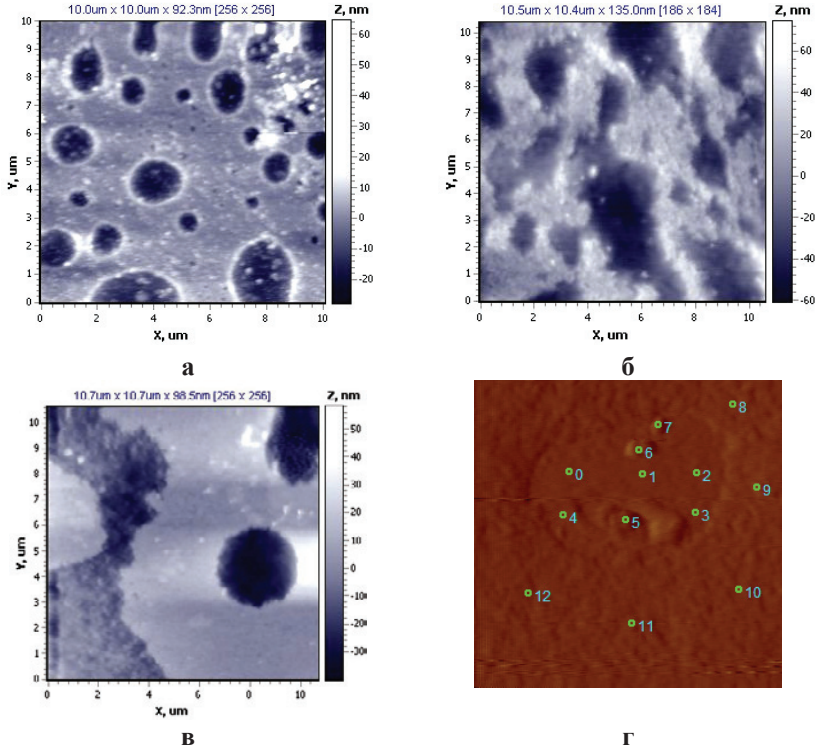


Рис. 1. АСМ изображения топографии свободной поверхности пленок: а – исходный соПИ, б - соПИ+11 масс.% MQ-смолы, в - соПИ+15 масс.% MQ-смолы, г - топография при сканировании индентером Берковича на основной и углублённой поверхности соПИ+15 масс.% MQ-смолы (поле 10х10мкм).

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 16-03-00501.

1. *В.М. Светличный, Л.А. Мягкова, Н.В. Матюшина и др.* Материалы V междунар. конф. «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва, 26-29 ноября 2013 г, ИМЕТ РАН. С. 559.

2. *Т.Е. Суханова, Т.А. Кузнецова, М.Э. Вылегжанина, В.М. Светличный, А.А. Кутин, Т.И. Ширяева, С.А. Чижик.* Труды XIX Международного Симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника». Н. Новгород, 10-14 марта 2015 г. Т.1. С. 292-295.

Особенности переключения в монокристаллических монодоменных пленках LiNbO3, сформированных на подложках SiO2, в поле зонда атомно-силового микроскопа

Р.В. Гайнутдинов[1], Т.Р. Волк[1], С.Д. Лавров[2], H.H. Zhang[3]

1 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия
2 МИРЭА, г. Москва, Россия
3 Jinan Jingzheng Electronics Co., Ltd., Jinan, People's Republic of China

В данной работе представлены результаты исследований формирование одиночных микро- и нанодоменов, а также доменных структуру заданной геометрии на полярных срезах тонких монокристаллических пленок $LiNbO_3$ в поле зонда атомно-силового микроскопа. Технология изготовления таких пленок, получившая название "ниобат лития на изоляторе" (LNOI), основана на облучении $LiNbO_3$ ионами гелия или водорода, формирующими нарушенный слой на определенной глубине, с последующим выкалыванием тонкой пленки из кристалла и переносом ее на подложку (как правило $SiO_2/LiNbO_3$). Особый интерес к таким структурам связан с созданием различных оптических устройств в интегральном (волноводном) исполнении. Значительный волноводный эффект в пленке $LiNbO_3$ обеспечивается резким рельефом показателей преломления n на границе: $nLiNbO_3 >> nSiO_2$. Одной из проблем использования устройств на основе таких волноводов является преобразование частоты лазерного излучения, в частности, в режиме фазового квазисинхронизма (QPM) на сегнетоэлектрической доменной структуре. Тем самым возникает задача формирования доменных структур с заданным дизайном микро- и субмикромасштаба в устройствах LNOI, что требует изучения механизмов процесса доменнообразования в таких структурах.

В работе представлены первые результаты по созданию доменов и доменных структур в структурах LNOI (толщина монокристаллической пленки $LiNbO_3$ ~ 0.5 μm, слоя SiO2 ~ 1.4 μm, слоя Au между ними ~ 150 нм) методом АСМ, т. е. приложением постоянного напряжения к зонду АСМ, находящемуся в контакте с поверхностью кристалла. Изображения доменов получали методом силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМП). Получен ряд новых результатов, не наблюдавшихся ранее в этих же условиях в кристаллах и пленках. Были изучены временные и полевые кинетики переключения в поле зонда АСМ (зависимости диаметра домена от величины приложенного напряжения U и длительности импульса t_p). Впервые в $LiNbO_3$ получены локальные петли P-E гистерезиса при подаче цуга импульсов с заданной скважностью (аномально высокие коэрцитивные поля исключают такую возможность в объемных кристаллах). В пленках

были записаны регулярные доменные структуры различной степени дискретности (расстояние между точками приложения импульса напряжения) (рис. 1).

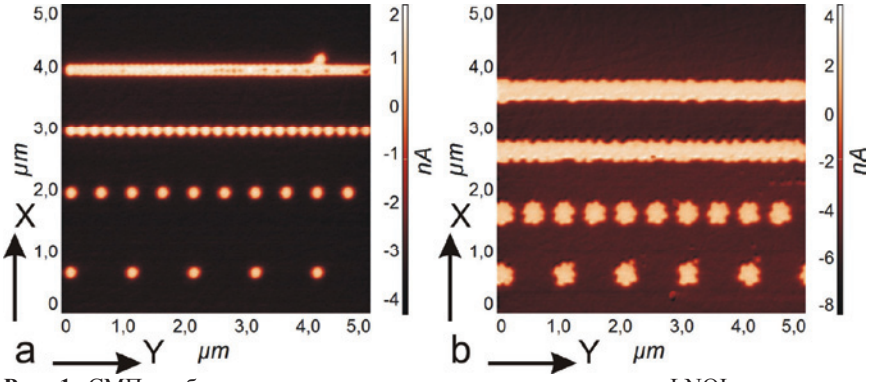


Рис. 1. СМП-изображения доменных структур, записанных в LNOI структурах в поле зонда АСМ (расстояние между точками приложения напряжения Δ = 1 мкм, 0.5 мкм, 0.2 мкм и 0.1 мкм): a - U = 50 В, t_p = 0.1 мс, b - U = 50 В, t_p = 100 мс.

В рамках проведенных исследований были получены следующие результаты. Анализ локальных петель P-E гистерезиса позволил выявить низкочастотную дисперсию коэрцитивного поля Ec и поля смещения Eb, а также отсутствие обратного переключения вплоть до длительности импульса 1 мс. Наблюдаемая динамика доменов обнаруживает несомненное влияние пиннинга доменов на интерфейсе.

Обнаружен эффект коалесценции доменов по мере их сближения, связанный, как предполагается, с отсутствием электростатического отталкивания между доменами благодаря "повышенной проводимости доменных стенок". Эффект коалесценции доменов обусловливает возможность создания 2D-доменных структур (“нелинейных фотонных кристаллов”) любой заданной конфигурации; структуры не обнаруживают релаксации в реальном масштабе времени.

Зондовые исследования доменной структуры, электрических и механических свойств ростовых слоев TGS

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

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

Кристаллы триглицинсульфата $(N^{+}H_3CH_2COOH)_2(N^{+}H_3CH_2COO^{-})SO_4^{2-}$ (TGS) с профильным распределением примеси внедрения (ионов хрома) были выращены по оригинальной методике в Институте технической акустики НАН Беларуси путем периодического доращивания затравки в растворах разного состава – из чистого и содержащего легирующую примесь Cr^{3+} в концентрации 5 – 6 вес.% [1]. Влияние примеси было исследовано на кристаллах с регулярной слоевой структурой, в которых чередовались слои чистого и примесного TGS. Образцы для исследования вырезали вдоль сегнетоэлектрической оси *b* и раскалывали по плоскости спайности (010) на пластины толщиной 1,5-2,0 мм в условиях контрольно-измерительного комплекса «TRACKPORE ROOM-05» класса чистоты 8 ИСО(100) при относительной влажности 35%±1% и температуре 24±0.05 °С. Там же проводили измерения на сканирующем зондовом микроскопе NTEGRA Prima (НТ-МДТ) в режиме микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО), позволяющем визуализировать доменную структуру на поверхности.

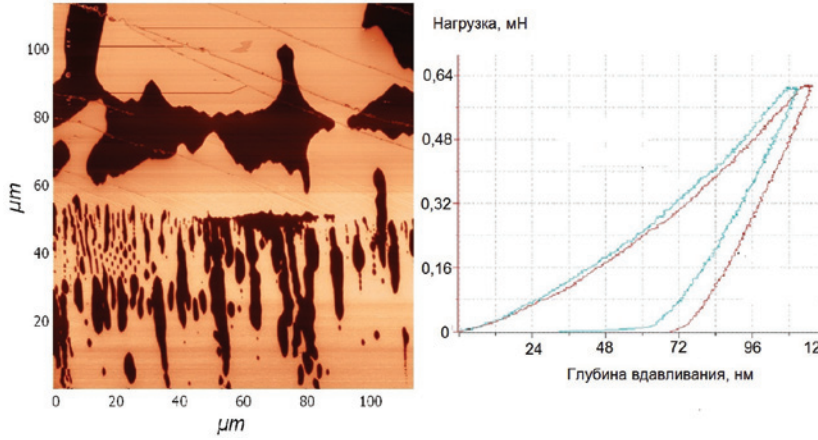


Рис.1. МПО-изображение доменной структуры двух соседних участков поверхности кристалла TGS: с примесью хрома (нижняя часть) и без нее (а); усредненная зависимость глубины вдавливания индентора от прикладываемой нагрузки, зеленая линия с примесью, красная – без нее (б).

Доменная структура чистых и примесных ростовых слоев существенно различается. Вдоль границ слоев располагаются малые домены разных знаков; в слое чистого TGS образуются домены достаточно больших размеров (шириной ~80 мкм), тогда как на примесных участках можно видеть мелкодисперсную структуру (рис.1,а). Обработка изображений чистого и примесного участков поверхности с одинаковой площадью ~ 80000 мкм^2 с помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1(Image Metrology) показала: статическая униполярность k для обоих участков невысока и практически одинакова, зато полный периметр доменных стенок L отличается в 3-7 раз. Поскольку ранее методом сканирующей резистивной микроскопии было показано, что доменные границы в TGS обладают повышенной проводимостью [2], можно ожидать, что участки кристалла с большей плотностью доменных стенок на единицу площади должны также и лучше проводить электрический ток. Измерения с помощью петаомметра B2987A на зондовой станции "Cascade Microtech Tesla" действительно демонстрируют на омических интервалах вольт-амперных характеристик в 1,5-2 раза большую величину тока для примесных участков поверхности по сравнению с чистыми. Даже учитывая, что механизм проводимости TGS еще однозначно не установлен [3], объяснение подобного поведения, в том числе за счет различий в доменной структуре, кажется вполне вероятным. Области чистого и примесного TGS, как показали измерения с помощью нанотвердометра "Nano-Hardness Tester", различаются также по величине микротвердости H ($\Delta H/H_{TGS}$ ~ 10%, рис.1б). Полоса TGS + Cr более твердая и менее однородная, чем полосаTGS.

1. *В.Н. Шут, И.Ф. Кашевич., Б.Э. Вотмс.* Кристаллография, 2004, 49 (2), 257-261.
2. *R.V. Gaynutdinov, N.V. Belugina, A.L. Tolstikhina, O.A. Lysova.* Ferroelectrics, 2008, 368 (1), 42-48.
3. *W. Osak, K. Tkack-Smiech, C. Strzalkowska*. Ferroelectrics, 1994, 158, 331-336.

Исследования начальной стадии метал-стимулируемого химического травления кремния с помощью атомно-силовой микроскопии

Е.В. Гущина[1], Ю.А. Жарова[1], В.А. Толмачев[1]

1. Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26, Россия

В настоящее время наноструктурированный кремний является важным и многообещающим материалом в развитии кремниевой индустрии и особенно в таких ее областях, как наноэлектроника [1], оптоэлектроника [2], био- и химические сенсоры [3], а также в устройствах преобразования энергии (солнечные батареи и литий-ионные аккумуляторы).

Существуют различные методы создания наноструктурированного кремния: реактивно-ионное, электрохимическое и каталитическое травления. В последнее время возрос интерес к каталитическому травлению. Этот метод достаточно дешевый и не требует специального лабораторного оборудования. Для получения кремниевых структур с помощью каталитического травления достаточно нанести на поверхность полупроводника благородный металл (катализатор) и поместить его в электролит, в состав которого должна входить плавиковая кислота и окислитель, например, H_2O_2. Частицы нанесенного металла будут опускаться вниз, образуя, таким образом, либо нити, либо поры. Морфология полученной структуры зависит от размера, равномерности нанесения частиц металла и условий травления. В процессе каталитического травления реакции протекают непосредственно рядом с частицей металла. Существует несколько теорий, которые описывают на основе катодных и анодных реакций процесс, происходящий при каталитическом травлении кремния [4-6]. Однако до сих пор механизм каталитического травления остается малопонятным, и нет обобщенных данных о влиянии параметров каталитического травления на морфологию получаемых структур, на скорость травления и возможности управления этим процессом.

Структуры, полученные каталитическим травлением, исследуются такими методами как, просвечивающая электронная микроскопия, сканирующая электронная микроскопия и т.д. В нашей работе для изучения особенностей начальной стадии травления использовались методы атомно-силовой микроскопии (АСМ). Метод Кельвин-зонд микроскопии позволяет одновременно исследовать шероховатость и оценивать значения поверхностного потенциала исходной/обработанной кремниевой пластины до и после нанесения катализатора. После нанесения катализатора из АСМ данных были установлены размер частиц катализатора и их распределение по

поверхности кремниевой пластины в зависимости от уровня легирования и методов обработки Si пластины.

Таким образом, основными объектами данного исследования были подложки Si с различным уровнем легирования, частицы Ag, осажденные на эти подложки и структуры, полученные при малых временах травления (5-15 секунд), с глубиной около 5-10 нм. Основной задачей этого исследования являлась АСМ диагностика, контроль этапов каталитического травления и установление связи между полученными данными и структурой, образовавшейся в результате каталитического травления.

1. *Y.Cui, Z.Zhong, D.Wang, W.U. Wang, C.M. Lieber*. Nano Letters, 2003, 3, 149.
2. *B. Tian, X. Zheng, T.J. Kempa, Y. Fang, N.Yu, G. Yu,* Nature 2007, 449, 885.
3. *Y.Cui, Q. wei, H. Park, C.M. Lieber,* Science, 2001, 293, 1289.
4. *F. Patolsky, C. Zheng, C.M. Lieber,* Nat.Protoc, 2006, 1711.
5. *X. Li, P.W. Bohn*, Applied Physics letters, 2000, 77, 2572.
6. *S. Chattopadhyay, X.L. Li, P.W. Bohn*, J. App. Phys., 2002, 91, 6134.

Бесконтактное определение электрических характеристик индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок методом электростатической силовой микроскопии

Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Стецько, В.В. Болотов, И.А. Лобов

Омский научный центр СО РАН, 644024, г. Омск, пр. Карла Маркса, 15

Методом электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) исследованы электрические свойства индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок (УНТ), нелегированных, легированных бором (10 ат.% B), легированных азотом (4 ат.% N): исходных (после синтеза), подвергнутых термическому отжигу в атмосфере аргона при температуре 800ºС, облученных ионами аргона с энергией 5 кэВ и дозой 10^{16} $см^{-2}$.

На основе моделирования поперечного профиля ЭСМ-сигнала с использованием модели, описанной в работе [1], определялся параметр, характеризующий электрическую проводимость индивидуальной УНТ – разность потенциалов в зазоре «зонд-УНТ» $U_{tip\text{-}CNT}$. Величина $U_{tip\text{-}CNT}$ лимитируется плотностью заряда, локализованного на поверхности УНТ непосредственно под зондом, и который, в свою очередь, определяется проводимостью УНТ.

На рис. 1 представлена корреляционная зависимость между объемной удельной проводимостью слоя УНТ и средним параметром $U_{tip\text{-}CNT}$ для всех типов исследованных трубок. Представленная зависимость демонстрирует сильную положительную корреляционную связь между величиной $U_{tip\text{-}CNT}$ и проводимостью УНТ с коэффициентом корреляции Пирсона близким к единице. Это показывает, что параметр $U_{tip\text{-}CNT}$ действительно характеризует проводимость УНТ.

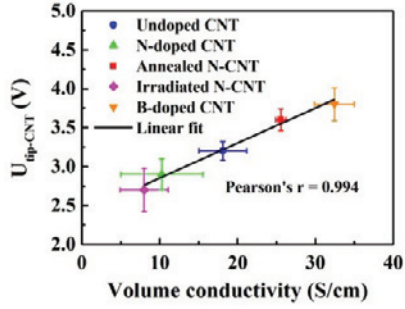


Рис. 1. Корреляционная зависимость между объемной удельной проводимостью слоя УНТ и средним значением параметра $U_{tip\text{-}CNT}$.

На основе измерения работы выхода электрона в индивидуальных УНТ с использованием методики, описанной в работе [2], определялся средний сдвиг положения уровня Ферми во всех исследованных типах УНТ. На рис. 2 представлены положения уровня Ферми на плотности состояний вблизи дираковских точек и указаны средние величины сдвига уровня Ферми относительно его положения в нелегированной УНТ.

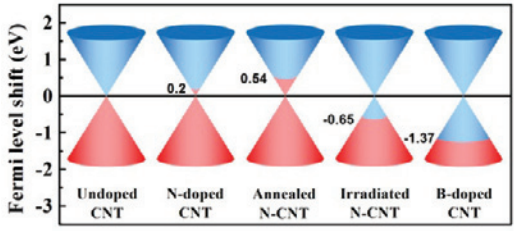


Рис. 2. Сдвиг уровня Ферми в исследованных УНТ. Красным цветом показаны заполненные состояния, синим цветом обозначены свободные состояния.

Согласно полученным данным, проводимость выращенных легированных азотом УНТ заметно меньше проводимости нелегированных УНТ, несмотря на рост уровня Ферми в результате увеличения концентрации свободных электронов, поставляемых атомами азота. Отжиг легированных азотом УНТ в инертной атмосфере приводит к значительному увеличению проводимости УНТ и сопровождается существенным ростом уровня Ферми. Незначительное уменьшение проводимости УНТ после облучения ионами аргона сопровождается драматическим снижением уровня Ферми и его смещением в валентную зону. Изменение проводимости легированных азотом УНТ, подвергнутых термическому отжигу или облучению ионами, является следствием изменения состава и концентрации дефектов в стенках УНТ, что подтверждается данными рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Рост проводимости УНТ, легированных бором, обеспечивается высокой концентрацией дырок, что подтверждается сильным сдвигом уровня Ферми в валентную зону.

1. *V.V. Bolotov, N.A. Davletkil'deev, D.V. Stets'ko, I.A. Lobov.* Tech. Phys. Lett., 2014, 40, 965-968.
2. *N.A. Davletkildeev, D.V. Stetsko, V.V. Bolotov, Y.A. Stenkin, P.M. Korusenko, S.N. Nesov.* Materials Letters. 2015, 161, 534-537.

Применение резонатора “кантилевер-лазер” для определения спектрального состава лазерного излучения и оптического охлаждения СЗМ-зонда

М.С. Дунаевский[1,2], П.А. Алексеев[1], В.А. Шаров[1], А.О. Михайлов[1]

1 Физико-Технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, ул. Политехническая, 28, г. Санкт-Петербург, 194021, Россия
2 Университет ИТМО, Кафедра нанотехнологий и материаловедения, г. Санкт-Петербург, Россия

При выполнении АСМ-измерений светочувствительного сдвига резонансной частоты [1] на сколах полосковых лазеров был обнаружен эффект интерференции выходящей световой волны с волной отраженной от кантилевера АСМ-зонда. В результате при расстояниях зонд-поверхность равным целому числу длин полуволн возникало многократное усиление детектируемого сигнала. Это позволяет использовать данный эффект для повышения чувствительности при детектировании светоизлучения и проведения спектроскопии. Метод спектроскопии (Рис.1) заключается в измерении z-зависимости светочувствительного сдвига частоты $\Delta\omega(z)$ при удалении АСМ-зонда от поверхности лазера. При этом наблюдается наличие периодических “пиков поглощения”, соответствующих расстояниям равным целому числу длин полуволн $z_n=n\lambda/2$ в резонаторе “лазер - АСМ зонд”. Измеряя расстояние между пиками поглощения можно определить длину волны излучения лазера. Для лазера, излучающего на нескольких длинах волн λ_i, будут наблюдаться несколько серий изопериодичных “пиков поглощения”, соответствующих этим длинам волн.

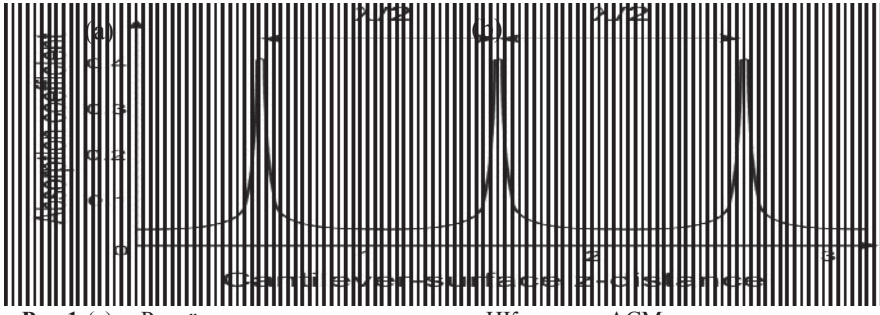


Рис.1 (a) – Расчёт зависимости поглощения ИК-света в АСМ-зонде при изменении z-расстояния зонд-поверхность; (b) – Экспериментальная АСМ зависимость $\Delta\omega(z)$ при исследовании лазера излучавшего на длине волны λ=1.03 мкм

Расшифровка этих серий позволяет выявить все длины волн излучения λ_i и таким образом осуществить спектроскопию излучения лазера.

Также была исследована возможность создания микроскопических резонаторов, формируемых поверхностью полупроводникового лазера и отражающей поверхностью кантилевера для оптического охлаждения АСМ-зонда. Для улучшения добротности поверхность кантилевера АСМ-зонда была расположена параллельно светоизлучающей поверхности полупроводникового лазера. При взаимодействии света с АСМ-зондом возникает сила, которая при определённых расстояниях зонд-поверхность действует как дополнительное трение и может останавливать колебания АСМ-зонда. На этом принципе построено так называемое оптическое охлаждение зонда [2] (cavity optomechanical cooling). Экспериментально это проявляется в ослаблении спектра термических колебаний кантилевера [3]. Нами были выполнены эксперименты по измерению спектров термических колебаний кантилевера в условиях параллельного резонатора "лазер-кантилевер". На рис.2 приведены измеренные спектры тепловых шумов кантилевера (i) – без освещения и (ii) – при накачке лазера током выше порога генерации. Обнаружено, что при определённых расстояниях зонд-поверхность варьирование мощности лазерного излучения приводит к кратному ослаблению амплитуды тепловых шумов ($<x>^2 \sim k_b T/k_{cantilever}$). Мы полагаем, что определённый интерес может представлять исследование предельных возможностей такого "оптического охлаждения" кантилевера, т.е. ослабления под действием лазерного излучения тепловых колебаний АСМ-зонда.

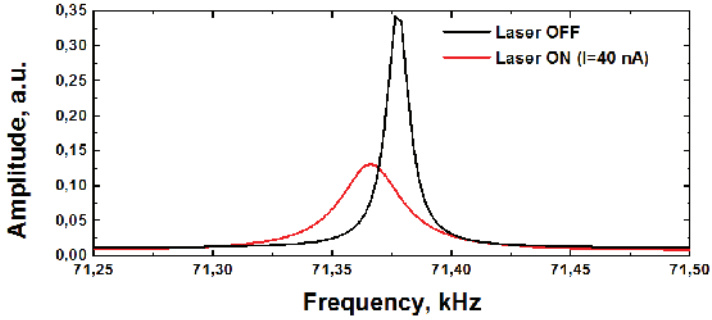


Рис. 2. Измеренные АСМ спектры тепловых колебаний кантилевера (аппроксимированные гауссианами) в резонаторе "лазер-кантилевер". Черная кривая – без освещения, Красная кривая – при накачке лазера током выше порога генерации.

1. *M.S.Dunaevskiy, et.al.,* Appl.Phys.Lett., 103, 053120, (2013)
2. *M.Aspelmeyer, et.al.,* Rev.Mod.Phys., *86, 1391, (2014)*
3. *C.H.Metzger, et.al.,* Nature*, 432, 1002, (2004)*

Использование атомно-силовой микроскопии в изучении морфологии и процесса разложения пленок поли-3-оксибутирата

В.А. Жуйков[1], А.П. Бонарцев[1,2], Д.В. Багров[2], Г.А. Бонарцева[1]

1 ФИЦ Биотехнологии РАН, г. Москва, Ленинский проспект 33, стр 2
2 Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Биологический факультет, Ленинские горы 1, стр 12

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) является одним из основных методов в изучении микро- и нанообъектов. Способность АСМ мягко воздействовать на образцы в процессе изучения представляет важное преимущество в изучении природных полимеров, так как они могут быть повреждены или уничтожены в процессе приготовления или исследования другими классическими методами, такими как сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Кроме того, АСМ позволяет наблюдать за эволюцией структуры образца при определенных условиях. В данной работе была продемонстрирована возможность изучения процесса ферментативного разложения природного полимера, а также процесса его кристаллизации.

Полиоксибутират (ПОБ) является представителем класса полиоксиалканоатов – природных полиэфиров. По своим характеристикам эти полимеры близки к синтетическим пластикам (полипропилену, полиэтилену), но имеют способность к биоразложению и биологическую совместимость с тканями млекопитающих.

По своей структуре ПОБ принадлежит к семейству частично кристаллических полимеров. Частично кристаллические полимеры имеют множество различных уровней организации: ламели, сферолиты, фибриллы и другие структуры. Это многообразие надмолекулярных структур делает их важнейшим объектом изучения, поскольку знание надмолекулярной структуры необходимо для объяснения и предсказания функциональных свойств.

В данной работе методом атомно-силовой микроскопии было исследовано разложение пленок ПОБ под действием эукариотического фермента – липазы. В ходе работы было выявлены три типа изменений структуры поверхности пленки ПОБ, которые происходят при разложении панкреатической липазой: проявление новых ламелей, исчезновение некоторых ламелей и фрагментация ламелей на более короткие фрагменты.

Помимо изучения разложения пленок ПОБ, была изучена кристаллизации полиоксибутирата (ПОБ) в ультратонкой пленке. Методом spin-coating были приготовлены ультратонкие пленки, содержащие хорошо отличимые друг от друга аморфную и кристаллическую компоненты. Аморфный полимер находится в метастабильном состоянии и при нагревании образца до температуры 70-150 °C кристаллизуется. Было обнаружено, что при

T=85°C этот процесс удобно наблюдать с помощью АСМ (фронт кристаллизации перемещается со скоростью 10-50 нм/мин, рис. 2). Кристаллизация проходит с сохранением толщины ламели.

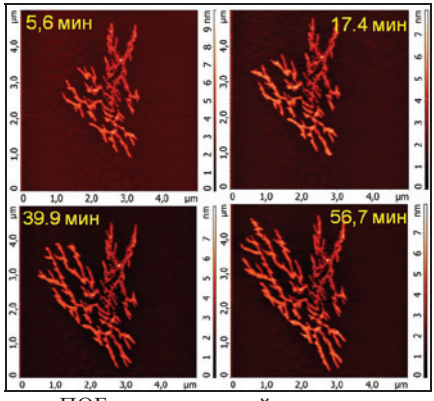


Рис. 2. Кристаллизация ПОБ в ультратонкой пленке при температуре 85°C.

При более высоких температурах (более 100 °C) скорость кристаллизации становится слишком быстрой, чтобы быть зафиксированной с помощью АСМ в режиме реального времени. Однако, можно зафиксировать процесс рекристаллизации.

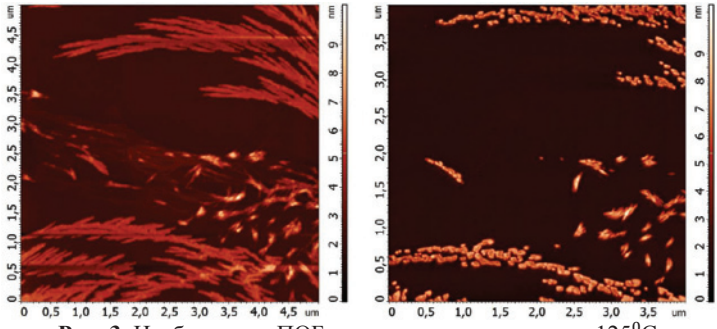


Рис. 3. Изображение ПОБ до и после нагревания до 125^{0}C.

Таким образом метод АСМ позволяет показать особенности процесса разложения полиоксибутирата, а также процесс его кристаллизации и рекристализации.

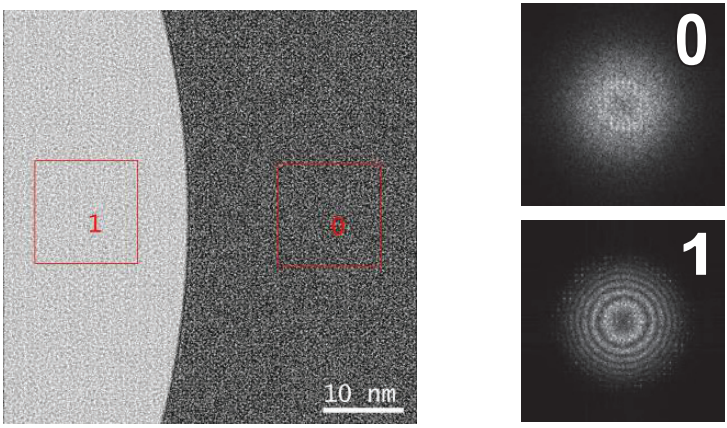
Исследование структуры и свойств электролитически осажденных пленок CoP-CoNiP-CoNiW методом атомно-силовой микроскопии

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

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

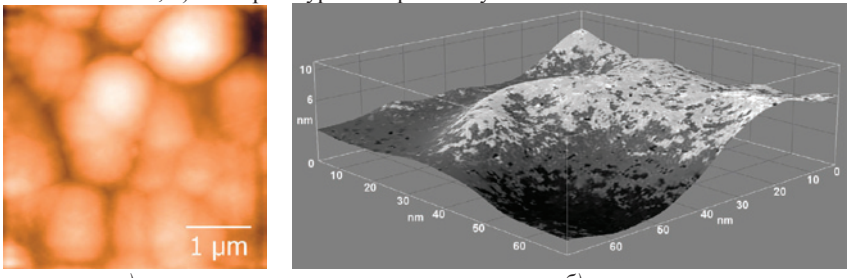
Исследования аморфных металлических сплавов активно ведутся в нашей стране и за рубежом. В практическом аспекте усилия исследователей направлены на разработку новых сплавов с заданными служебными свойствами, обеспечение стабильности этих свойств и совершенствование технологий приготовления сплавов. Сфера применения аморфных сплавов непрерывно расширяется. Аморфные сплавы — это материалы с высокой прочностью и коррозионной стойкостью; это и магнитомягкие материалы, у которых высокая проницаемость, отвечающая уровню проницаемости лучших пермаллоев, сочетается с высокой прочностью.

Методом атомно-силовой микроскопии были выполнены исследования структуры и посчитана шероховатость пленок CoP-CoNiP-CoNiW (Рисунок 2а). Для подтверждения наличия шероховатости поверхности, или присутствия дефектов структуры в виде полостей и пустот было выполнено моделирование атомной структуры аморфного сплава CoP_{20} и CoP_{25}, а затем часть атомов модели удалили для создания выемки на поверхности. Были проведены расчеты электронно-микроскопических изображений, на примере моделей структуры с выемкой 5 и 10 нм на поверхности, а так же спектры Фурье и интегральные частотные характеристики с выделенных участков. (Рисунок 1). Для дальнейшего описания структуры и характеристики ее особенностей была разработана методика определения положения точного фокуса в серии изображений дефокусировок и на их основе проведена реконструкция линии центра масс исследуемых пленок (Рисунок 2б). Работа выполнена при поддержке Научного фонда ДВФУ



а) *б)*

Рис. 1. а) Расчетное ВРЭМ изображение модели атомной структуры аморфного сплава CoP_{20} с выемкой на поверхности 5 нм с областями для анализа. Размер модели 51*51*52 нм; б) спектры Фурье выбранных участков.



а) *б)*

Рис. 2. а) АСМ изображение участка структуры пленки CoP. Полуконтактный режим; б) реконструкция участка поверхности пленки CoP

Исследование гибридных комплексов наночастицы-графен методом атомно-силовой микроскопии

С. В. Краевский[1,2], А. С. Соловьева[1], А. С. Морозова[1], Ю. А. Грошкова[1], Д. Д. Гиниятуллин[3], Е. Ю. Буслаева[1], С. В. Ткачев[1], С. П. Губин[1]

1 Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, г. Москва, Ленинский пр-т, 31
2 Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ", г.Москва, Каширское ш., 31
3 ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации - Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт", г. Москва, Большая Черемушкинская 25

Иммобилизация наночастиц с заданными параметрами на поверхности чешуек графена - новая, быстро развивающаяся область, которая в настоящий момент исследована далеко не полностью. Большие возможности для изучения получаемых гибридных соединений наночастицы-графен открывает атомно-силовая микроскопия, метод, позволяющий визуализировать отдельные наночастицы на отдельных чешуйках графена с высоким пространственным разрешением.

В лаборатории Химии наноматериалов ИОНХ РАН были подробно изучены свойства сверхкритического изопропанола (СКИ) как восстановителя неорганических оксидов [1,2] и разработан метод восстановления оксида графена (ГО) в Г в СКИ [3].

Целью настоящей работы является визуализация и характеризация с помощью АСМ гибридных соединений графена и наночастиц висмута, меди, кадмия, железа и др. полученных методом восстановления их оксидов в сверхкритическом изопропаноле.

Оксид графена получали по модифицированному методу Хаммерса [4,5]. Восстановление проводилось по методике описанной в работе [3].

АСМ измерения производились на воздухе с помощью микроскопа Nanoscope III (Digital Instruments), оснащенного 150 мкм сканером в таппинг и контактных режимах. В работе использовали коммерчиские кремниевые кантилеверы.

Типичные АСМ-изображения исследованных гибридных соединений приведены на рисунке 1. Толщина графеновых чешуек вирируется от 1 до 5 нм. Размер наночастиц лежит в интервале 3-50 нм.

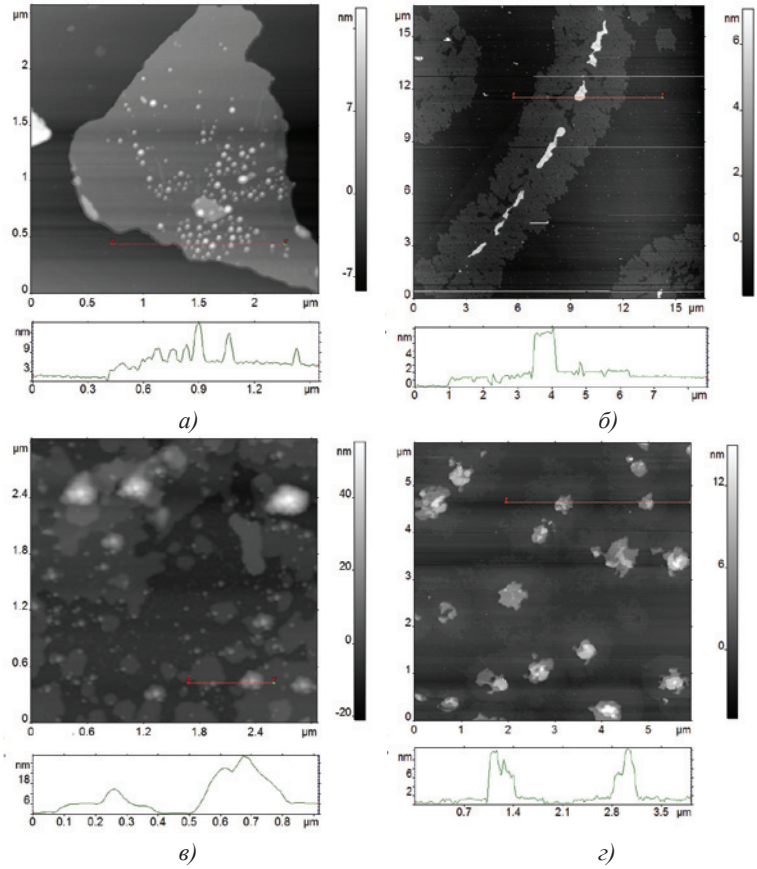


Рис. 1. АСМ изображения и их продольноеым сечение вдоль пунктирной линии наночастиц на графене : а) меди; б) вольфрама, в) железа, г) кадмия.

1. Ю.Ф.Каргин, Е.Ю.Буслаева, Г.К.Кравчук, С.П.Губин // Журнал неорганической химии. -2003. - т.48. - № 1. - с. 111-114.

2. *С.П. Губин, Е.Ю. Буслаева.* Сверхкритические флюиды. Теория и практика. (2009) 4, 76.

3. *С.В. Ткачев, Е.Ю. Буслаева, А.В. Наумкин, С.Л. Котова, И.В. Лауре, С.П. Губин.* Неорганические материалы, (2012), 48, 909.

4. *W. S. Hammers, R.E. Offman* // J. Am. Chem. Soc. - 1958. - V.80. - P.1339-1339.

5. *Tian L., Wang X., Cao L. et al.* // Journal of Nanomaterials. - 2010. - V. 2010. - Article ID 742167. - 5 pages

Работа выполнена при поддержкегранта Российского фонда фундаментальных исследований РФФИ № 16-32-00912.

Производительная нечувствительная к дрейфу распределённая калибровка сканера зондового микроскопа в нанометровом диапазоне

Р.В. Лапшин[1,2]

[1]*НИИ Физических проблем им. Ф.В. Лукина, 124460, г. Зеленоград, Россия*
[2]*Московский институт электронной техники, 124498, г. Зеленоград, Россия*

Разработан практический способ распределённой калибровки сканера зондового микроскопа (см. Рис. 1), при котором поиск локальных калибровочных структур (ЛКС) и определение по ним локальных калибровочных коэффициентов (ЛКК) производится не в окрестности узлов сетки, равномерно покрывающей поле сканирования [1-3], а только в окрестности трёх точек этого поля (см. Рис. 2), расположенных по возможности на большом удалении друг от друга.

Допустимость калибровки по трём точкам обоснована тем, что регрессионные поверхности, проведённые через ЛКК, найденные в узлах упомянутой сетки, являются плоскостями [3]. Переход от сети точек к всего лишь трём точкам позволяет существенно увеличить производительность распределённой калибровки.

Для достижения высокой точности калибровка в окрестности каждой из трёх точек многократно повторяется (порядка l=50…300 раз). Найденные ЛКК вместе с абсолютными координатами ЛКС, которым они соответствуют, сохраняются в калибровочной базе данных (КБД). КБД позволяет исключить из измерений погрешности, вызываемые статическими нелинейностями, неортогональностями и взаимными паразитными связями манипуляторов сканера.

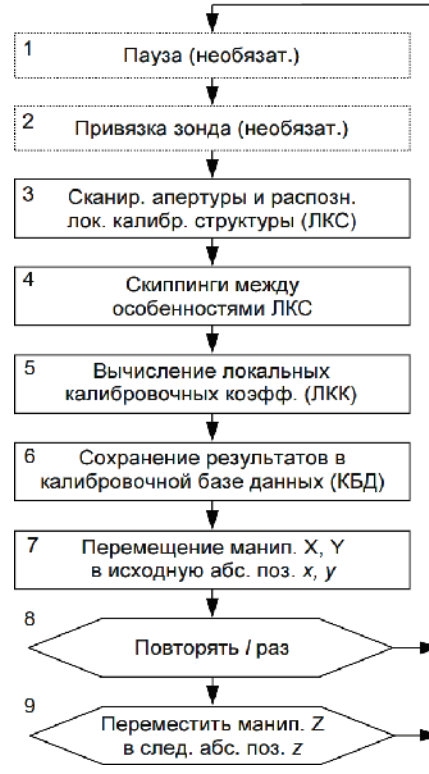


Рис. 1. Упрощённая блок-схема алгоритма производительной распределённой калибровки сканера зондового микроскопа.

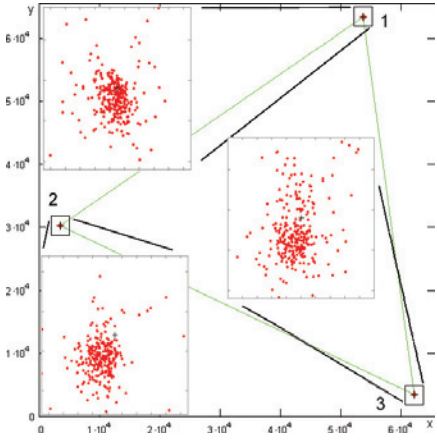


Рис. 2. Распределённая калибровка XY сканера по трём точкам.

Распределённая калибровка базируется на методологии особенность-ориентированного сканирования (ООС) [4, 5], что позволяет исключить *in situ* негативное влияние на результаты калибровки тепловых дрейфов головки микроскопа, ползучестей и гистерезисов пьезоманипуляторов сканера, а также существенно ослабить влияние шумов систем регистрации и позиционирования. С целью выявления паразитных связей между Z-манипулятором и X, Y-манипуляторами сканера калибровка по трём точкам производится для 3-5 положений Z-манипулятора, устанавливаемых посредством грубой ступени подвода зонда к образцу.

В качестве эталона длины используется постоянная кристаллической решётки высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ). С помощью предложенного метода определена вариация постоянной решётки на поверхности ВОПГ. Разработанный метод можно применять в любой разновидности сканирующего зондового микроскопа (СЗМ).

Измерения проводились на сканирующем туннельном микроскопе (СТМ) Солвер™ P4 (НТ-МДТ, Россия) на воздухе при комнатной температуре. В качестве иглы использовалась проволока NiCr диаметром 0.3 мм, срезанная механически.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ (RFMEFI57814X0009).

1. *R. V. Lapshin*, Drift-insensitive distributed calibration of probe microscope scanner in nanometer range: Approach description, Applied Surface Science, 2015, 359, 629-636 (www.niifp.ru/staff/lapshin/#articles).

2. *R. V. Lapshin*, Drift-insensitive distributed calibration of probe microscope scanner in nanometer range: Virtual mode, arXiv:1501.05726, 2015 (arxiv.org/abs/1501.05726).

3. *R. V. Lapshin*, Drift-insensitive distributed calibration of probe microscope scanner in nanometer range: Real mode, arXiv:1501.06679, 2015 (arxiv.org/abs/1501.06679).

4. *R. V. Lapshin*, Feature-oriented scanning methodology for probe microscopy and nanotechnology, Nanotechnology, 2004, 15, 1135-1151 (www.niifp.ru/staff/lapshin/ #articles).

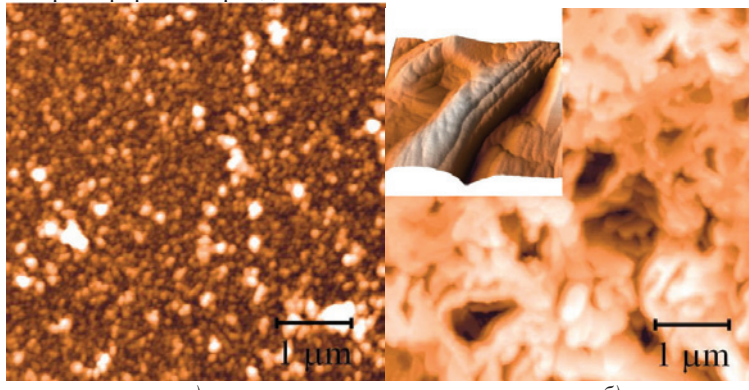
5. *R. V. Lapshin*, Automatic drift elimination in probe microscope images based on techniques of counter-scanning and topography feature recognition, Measurement Science and Technology, 2007, 18, 907-927 (www.niifp.ru/staff/lapshin/#articles).

Выявление механизма формирования допированных слоев полианилина на основе данных атомно-силовой микроскопии

И.А. Лобов[1,2], Н.А. Давлеткильдеев[2], Д.В. Стецько[2]

1 Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, 644077, г. Омск, пр. Мира, 55А, Россия
2 Омский научный центр СО РАН, 644024, г. Омск, пр. Карла Маркса, 15, Россия

Интерес к полианилину (ПАНИ) за последние десятилетия неуклонно возрастал. Это связанно с его уникальными физическими и химическими свойствами. Эти свойства позволяют использовать его в электроактивных устройствах, принцип работы которых основан на взаимодействии слоя полимера с возбуждающим фактором (свет, газ, ионы в жидкости и пр.). Эффективная площадь поверхности полимера играет значительную роль в чувствительности таких слоёв [1]. Поэтому контроль морфологии получаемых плёнок является одной из приоритетных задач. В данной работе предлагается метод формирования развитой морфологии плёнок ПАНИ в результате совместного взаимодействия растворителя и допанта на плёнку полимера в форме эмеральдинового основания.

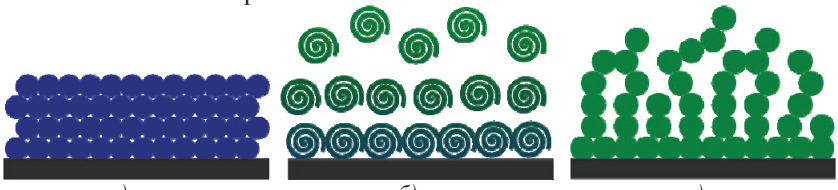


а) *б)*

Рис. 1. АСМ изображение плёнок ПАНИ в форме эмеральдинового основания а) и эмеральдиновой соли б), сформированной путём совместного воздействия на плёнку а) НМП и ДБСК.

В работе использовался ПАНИ, синтезированный посредством окислительной полимеризации анилина в водной HCl. Для получения плёнок полимер переводился в форму эмеральдинового основания, в которой он может быть растворён в N-метилпирролидоне (НМП), и наносился на кремни-

евые подложки (рис. 1а). Такая плёнка имеет гранулярный вид с довольно малой шероховатостью поверхности. Размер гранул около 77 нм, а шероховатость поверхности 3 нм. Формирование развитого слоя ПАНИ осуществлялось посредством воздействия на выше упомянутую плёнку смесью НМП и додецилбензол сульфокислоты (ДБСК) (рис. 1б). Эта плёнка представляет из себя слой хаотично переплетённых волокон диаметром от 200 до 350 нм. Наблюдается гранулярная структура данных волокон, со средним размером гранул около 60 нм. Уменьшение размера гранул связанно с увеличением плотности упаковки молекулы в молекулярном клубке за счёт возникших электростатических сил.



а) *б)* *в)*

Рис. 2. Модель формирования развитого слоя ПАНИ.

Предлагается следующая модель формирования подобных структур предложенным способом (рис. 2). При допировании плёнки ПАНИ в форме основания (рис. 2а) смесью НМП и ДБСК происходят процессы растворения слоя полимера растворителем и окисление полимерных цепочек кислотой (рис. 2б). При растворении молекулярные клубки полимера частично распутываются (обозначено спиралью на рис. 2б). Наличие допанта в системе приводит к образованию электропроводящих комплексов полимера с ДБСК. Эти комплексы уже не растворимы в НМП. За счёт высокой концентрации ПАНИ в растворителе в приповерхностном слое плёнки происходит активное взаимодействие молекул полимера между собой, в результате чего формируется развитая морфология поверхности плёнки (рис. 2в). Основной вклад в эти взаимодействия вносят электростатические силы. Эти силы возникают из-за наличия диполей в полимерных цепях, появившихся при внедрении в цепь полимера молекул кислоты.

1. *J. Huang, S. Virji, B.H. Weiller, R.B. Kaner.* Chemistry A European Journal, (2004), 10, 1314–1319.

Магнитно-силовая микроскопия массивов ферромагнитных наночастиц и нанопроволок

В.Л. Миронов[1,2], О.Л. Ермолаева[1], Е.В. Скороходов[1], А.А. Фраерман[1,2]

1 Институт физики микроструктур РАН, г. Н. Новгород, Россия
2 Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского г. Н. Новгород, пр. Гагарина, 23, Россия

В докладе обсуждаются возможности применения магнитно-силовой микроскопии (МСМ) для исследования магнитных состояний, доменной структуры и эффектов перемагничивания планарных паттернированных ферромагнитных наноструктур. Анализируются особенности формирования МСМ контраста от наночастиц различной формы. Рассматриваются эффекты локального воздействия неоднородного поля зонда на распределение намагниченности в планарных нанообъектах [1].

В частности, анализируются особенности доменной структуры тонкопленочных наноструктур с перпендикулярной анизотропией. Рассматриваются эффекты перемагничивания таких структур полем зонда магнитно-силового микроскопа и применение [2].

Обсуждаются перспективы использования методов МСМ для исследования особенностей магнитостатического взаимодействия в плотных массивах ферромагнитных наночастиц и рассматриваются возможности применения таких систем в качестве СВЧ фильтров [3,4].

Приводятся результаты МСМ исследований процессов пиннинга-депиннига доменных стенок в гибридных системах, состоящих из ферромагнитной нонопроволоки и наночастиц [5] и обсуждаются возможности применения таких систем в качестве магнитных логических ячеек.

Работа выполняется при поддержке РФФИ и программ Президиума РАН.

1. *A.A. Fraerman and V.L. Mironov*. Magnetic states and properties of patterned ferromagnetic nanostructures. In “Frontiers of Nanoscience”, Vol. 6, “Nanomagnetism: Fundamentals and Applications” Elsevier, 2014, 189 – 216.

2. *A.A. Fraerman, O.L. Ermolaeva, E.V. Skorohodov, N.S. Gusev, V.L .Mironov, S.N. Vdovichev, E.S. Demidov*. J. Magn. Magn. Mat., 2015, 393, 452-456.

3. *В.Л .Миронов, О.Л. Ермолаева, Е.В. Скороходов, J. Blackman.* Известия РАН, с. Физическая, 2013, **77**, 37-40.

4. *V.L. Mironov, E.V. Skorohodov, J.A. Blackman*. J. Appl. Phys. 2014, 115, 184301.

5. *V.L. Mironov, O.L. Ermolaeva, E.V. Skorohodov, A.Yu. Klimov.* Phys. Rev. B, 2012, 85, 144418.

6. *В.Л. Миронов, О.Л. Ермолаева*. Известия РАН, с. Физическая, 2014, 78, 36-40.

Зондовая микроскопия террасно-ступенчатой наноструктуры на (0001) поверхности сапфира: морфологические переходы при отжиге на воздухе

А.Э. Муслимов, А.В. Буташин, А.Б. Колымагин, В.П.Власов, В.М. Каневский

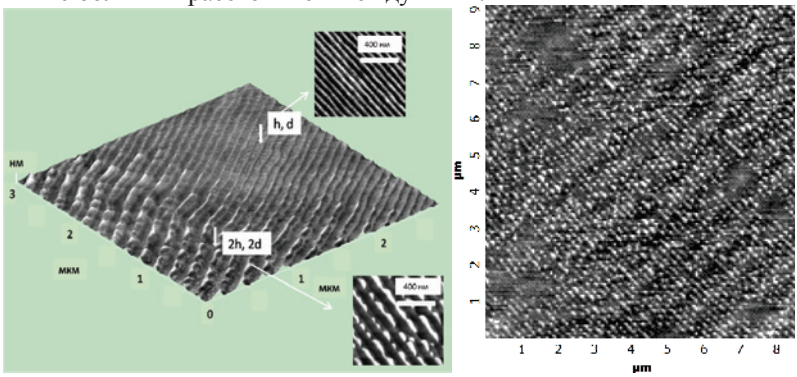
Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Россия

Сапфир, как материал, обладающий высокой механической прочностью, твердостью, термической и химической стойкостью, получил широкое распространение в качестве подложки, в различных областях науки и техники [1]. Наиболее оптимальной является плоскость с-(0001), на которой формируются упорядоченные ступени в результате отжига, зачастую стимулирующие эпитаксиальный рост пленок [2,3]. В указанных работах обычно представляется конечный результат отжига, но не наблюдалась эволюция процесса образования террасно-ступенчатой наностурктуры (ТСН) во времени. В связи с этим, представляет фундаментальный интерес возможность «заморозки» самого процесс роста ступеней.

В качестве подложки для получения ТСН использовали сапфировые пластины, ориентированные по плоскости (0001), с односторонней химико-механической полировкой. Пластины отжигали на воздухе в двух режимах: при фиксированной температуре 1273 К в течении 1-6 часов и при фиксированном времени в 1 час при температурах 1273 – 1673 К, с поэтапным исследованием поверхности пластин, включая обнаружение и характеризацию ТСН, в полуконтактном режиме топографии на атомно-силовых микроскопе “Ntegra Prima”.

В результате проведения исследований было обнаружено, что при длительном (до 6 часов) отжиге при температуре 1273 К параметры ТСН сохраняются. Для инициирования процесса разрастания ступеней необходимо преодолеть температурный порог 1373 К. При кратковременном нагревании сапфира от 1273 до 1373 К и быстром охлаждении до 973 К на его поверхности (0001) формируются участки, которые можно интерпретировать как «замороженные» области, в которых происходит рост высоты ступеней при одновременном увеличении расстояния между ними **Рис. 1а.** Такие области распределены на поверхности и обладают различной формой **Рис. 1б.** На приведенных рисунках можно наблюдать процесс роста ступеней. Ступени, расположенные вдоль направления [11-20], объединяются попарно по направлению к плоскости (10-10), обладающей наименьшей жесткостью, т.е. наименьшей плотностью атомов.

Их объединение происходит в четыре этапа. Во-первых, образуются выступы треугольной формы, ограненные (предположительно) плоскостями (2-1-10) и (12-10), образующие угол 120^0. В процессе увеличения времени отжига выступы исчезают и образуются гладкие ступени удвоенной высоты и с большим расстоянием между ними.



а) *б)*

Рис. 1. АСМ-изображения: поверхности (0001) сапфира после увеличения температуры отжига до 1473К и быстрого охлаждения до 973К, показывающее область объединения 2-х ступеней при увеличении высоты ступеней и расстояния между ними в 2 раза. На вставках: сверху- область ступеней с h=0,22 нм, снизу- область несформировавшихся окончательно ступеней с h=0,44 нм (а); поверхности (0001) сапфира, показывающее распределение областей различной формы, на которых происходит переход ТСН (б).

Процесс объединения ступеней, при заданной температуре, заканчивается при достаточно большом расстоянии между ступенями, при котором энергия взаимодействия ступеней пренебрежительно мала. При дальнейшем отжиге образцов свыше 1373 К происходит разрастание ступеней до 1 нм, однако при этом существенно нарушается их периодичность.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН “Структурная диагностика материалов” при финансовой поддержке Минобрнауки (проект № RFMEFI62114X0005), Программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 1 “Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий”, Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 15-02-01197 а)

1. *F. Cuccureddu, S. Murphy, I. Shvets et. al.* //Surf. Sci., 2010 , V.604, P. 1294.
2. *А.В.Буташин, В.П.Власов, В.М.Каневский,А.Э.Муслимов, В.А.Федоров* // Кристаллография, 2012, Т. 57, № 6, С.1.
3. *В.П.Власов, А.В.Буташин, В.М.Каневский и др.* // Кристаллография, 2014, Т. 59, № 3, С. 463

Эволюция морфологии поверхности при росте пленок аморфного и поликристаллического кремния

А.В. Новак[1,2], В.Р. Новак[3]

[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 поликристаллического (poly-Si) и аморфного кремния (a-Si), получаемые методом химического парофазного осаждения (CVD) широко используются в микроэлектронике, в различных элементах микро- и наноэлектромеханических систем (MEMS, NEMS), в тонкопленочных транзисторах для ЖК-дисплеев. В случае многих применений необходимы пленки poly-Si с достаточно гладкой поверхностью, поскольку шероховатость поверхности оказывает существенное влияние на электро-физические свойства, как самих слоев poly-Si, так и диэлектрических слоев, сформированных на поверхности poly-Si. Согласно [1-3], пленки «традиционного» poly-Si имеют достаточно большую шероховатость по сравнению с a-Si, а пленки poly-Si [1], полученные при кристаллизации a-Si посредством высокотемпературного отжига, имеют шероховатость поверхности примерно такую же, как исходная пленка a-Si. Согласно опубликованным данным, для различных толщин пленок, как a-Si, так и poly-Si приводятся различные значения параметров шероховатости поверхности [1-4]. Исходя из этого, можно предположить, что должна наблюдаться существенная зависимость параметров шероховатости поверхности от толщины пленок.

В данной работе с помощью метода атомно-силовой микроскопии (АСМ) изучаются шероховатость, пространственные и корреляционные свойства поверхности пленок «традиционного» poly-Si, a-Si и poly-Si, полученного из аморфного кремния в результате кристаллизации при высокотемпературном отжиге, в интервале толщин от 40 до 500 нм.

В качестве примера на Рис. 1 приведены АСМ-изображения размерами 1×1 μm^2 пленок «традиционного» poly-Si, аморфного кремния a-Si и poly-Si, полученного при кристаллизации a-Si для двух толщин 250 и 500 нм. В исследованном интервале толщин ($40 \div 500$ нм), гистограммы распределения высоты поверхности для пленок a-Si имеют форму близкую к гауссовой, в отличие от пленок «традиционного» poly-Si, которые имеют небольшую положительную асимметрию распределения высоты. Параметр S_{sk}, характеризующий асимметрию распределения высоты для «традиционного» poly-Si имеет значения $S_{sk} \approx 0.3 \div 0.7$. В случае пленок a-Si асимметрия S_{sk} имеет значения близкие нулю ($S_{sk} \approx -0.2 \div 0.2$). Асимметрия S_{sk} для пленок

poly-Si, полученных при кристаллизации a-Si, аналогично a-Si, имеет значения близкие к нулю ($S_{sk} \approx -0.2 \div 0.2$).

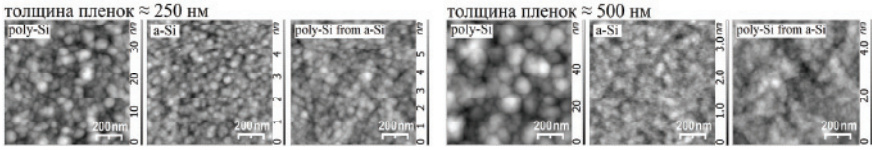


Рис. 1. АСМ-изображения пленок кремния «традиционного» poly-Si, a-Si и poly-Si, полученного при кристаллизации a-Si, для двух толщин 250 и 500 нм.

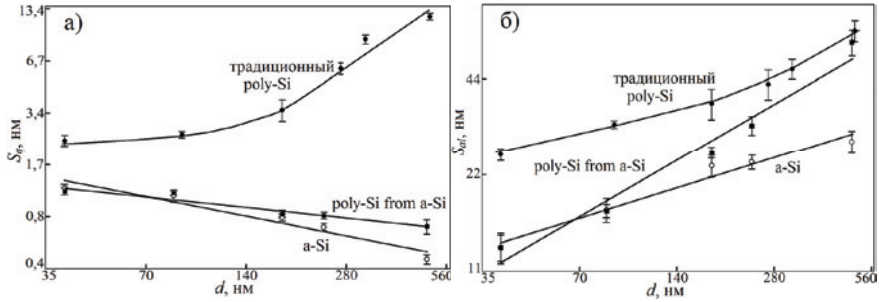


Рис.2. Зависимости от толщины для пленок «традиционного» poly-Si, a-Si и poly-Si, полученного при кристаллизации a-Si: а) среднеквадратической шероховатости S_q и б) корреляционной длины S_{al}.

Найдено (Рис 2.а), что с ростом толщины от 40 до 500 нм для пленок «традиционного» poly-Si среднеквадратическая шероховатость S_q возрастает от 2.3 до 12.0 нм, а для пленок a-Si и poly-Si, полученных при кристаллизации a-Si S_q, наоборот уменьшается, соответственно с 1.2 до 0.5 нм и с 1.2 до 0.7 нм. Среднеквадратическая шероховатость S_q пленок poly-Si, полученных при кристаллизации a-Si существенно меньше S_q «традиционного» poly-Si, соответственно при толщине пленок 100 нм меньше в 2 раза, при 500 нм в 16 раз.

Найдено, что с ростом толщины от 40 до 500 нм корреляционная длина S_{al} увеличивается (Рис 2.б), как для пленок «традиционного» poly-Si, так и для a-Si и пленок poly-Si, полученных при кристаллизации a-Si, соответственно от 25 до 62 нм, от 13 до 28 нм и от 13 до 57 нм.

1. *G. Harbeke*, *L. Krausbauer et al*. J. Electrochem. Soc., 1984, Vol. 131, P. 675-682.
2. *R. Edrei, E. N. Shauly et al*. Applied Surface Science, 2002, Vol. 188, P. 539-544.
3. *А.В. Новак*, *В.Р. Новак*. Письма в ЖТФ, 2013, том 39, выпуск 19, 32-40.
4. *J. Nasrullah, G. L. Tyler et al*. IEEE Trans. on Nanotech., 2005, Vol. 4, P. 303-311.

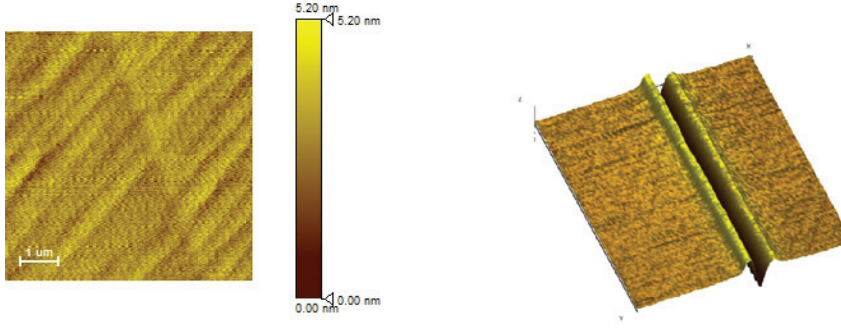
Изучение механических свойств поверхности кристаллов сапфира после различных типов обработки методом зондовой микроскопии (наноиндентирование и склерометрия)

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

Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Ленинский проспект, дом 59

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 подложек, который обеспечивает получение поверхности с минимальным количеством дефектов в приповерхностном слое, является актуальной [1].

Кристаллические элементы из сапфира, прошедшие различные типы обработки поверхности, были исследованы методами зондовой микроскопии. На поверхности элементов, прошедших химико-механическую полировку и высокотемпературный отжиг на воздухе наблюдается регулярный рельеф – террасо-ступенчатые структуры, что свидетельствует о высоком структурном совершенстве приповерхностного слоя (Рис. 1а).



а) б)

Рис. 1. Изображения АСМ: а) Террасо-ступенчатая структура на поверхности сапфира; б) Восстановленный след царапины. Материал: сапфир, направление царапания: ребром индентора, нагрузка 6мН. Окно сканирования: 8х9 мкм.

Для характеризации свойств приповерхностного слоя реализованы методы микротвердости [2], а именно методы наноиндентирования и склеро-

метрии. Методом наноиндентирования определены зависимости величины микротвердости от глубины проникновения индентора в кристалл (Рис. 2). Выявлено существенное влияние типа обработки поверхности кристаллических элементов из сапфира на микротвердость на глубине до 50 нм. Обнаружено, что у образцов, прошедших химико-механическую полировку, на глубинах до 50 нм наблюдается повышение значений микротвердости по сравнению со значениями в объеме. При этом замечено, что у образцов, прошедших химико-механическую полировку и высокотемпературный отжиг, значения микротвердости на глубинах до 50 нм наиболее высокие.

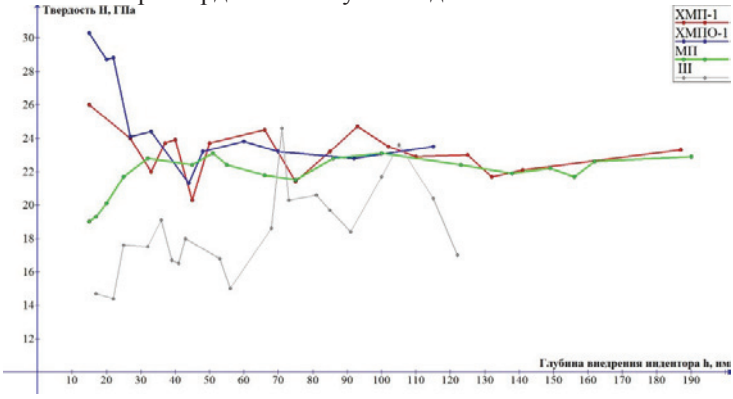


Рис. 2. Зависимости величины микротвердости образцов, прошедших различную обработку от глубины.

Метод склерометрии занимает большее по сравнению с наноиндентированием время, однако обладает рядом преимуществ [3]. В частности, данный метод позволяет учитывать образование пластичных навалов по краям царапины (Рис. 1б). Методом склерометрии также определены зависимости величины микротвердости от глубины проникновения индентора в материал для различных кристаллических элементов сапфира. Обнаружено, что у образцов, прошедших химико-механическую полировку, приповерхностный слой глубиной до 50 нм обладает повышенными значениями микротвердости по сравнению с объемом кристалла. Кроме того, показано влияние температуры, длительности и среды отжига на значения микротвердости приповерхностного слоя кристаллических элементов из сапфира.

1. *А.В. Буташин, В.П. Власов, В.М. Каневский и др. //* Кристаллография. 2012. Т. 57. № 6. С. 927.
2. *О.А. Федоренко и др.//* ФиТП, 2011, Т.45, вып. 8. С. 1126.
3. *С.С. Усеинов.* Измерение твердости конструкционных материалов методами индентирования и склерометрии на субмикронном и нанометровом масштабах. Москва. 2010.

Исследование наноразмерного профилирования поверхности кремния методом локального анодного окисления и жидкостного травления

В.В. Полякова[1], В.А. Смирнов[1], М.В. Сидоркевич[1]

[1]Южный федеральный университет ,институт нанотехнологий электроники и приборостроения, г. Таганрог Ростовская обл., пер. Некрасовский, 44

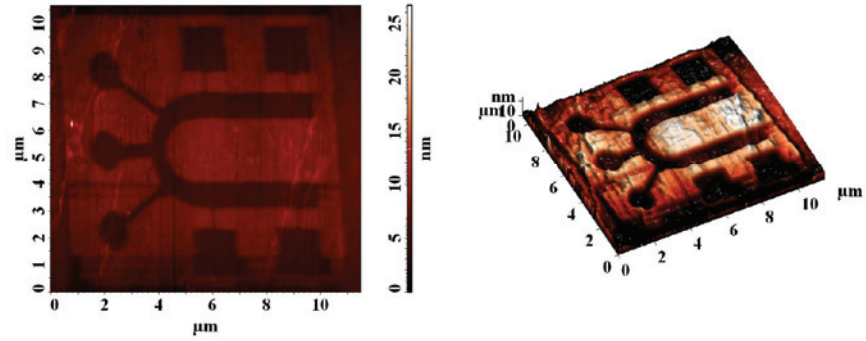
Системы лабораторий на кристалле (ЛНК) представляют собой класс миниатюрных аналитических приборов, которые объединяют в себе структуры элементов электроники и сенсорики для экспресс-анализа растворов молекул, белков, нуклеиновых кислот, клеток, вирусов и др. Также ЛНК устройства позволяют сортировать, смешивать или разделять жидкостные растворы, при этом позволяя автоматизировать проведение лабораторных процедур, что значительно сокращает время биомедицинских испытаний и лабораторных исследований.

В наше время для создания структур элементов ЛНК необходимо проводить операции профилирования поверхности с высоким пространственным разрешением и достаточной воспроизводимостью. Классические методы профилирования поверхности с использованием фотолитографии имеют ряд недостатков, таких как использование источников света и высокую сложность, и стоимость технологических операций. Локальное анодное окисление (ЛАО) с использованием атомно-силового микроскопа (АСМ) является перспективным методом нанолитографии, который лишен этих ограничений. Методика зондовой нанолитографии характеризуется достаточно низкой стоимостью и широким спектром применения, в том числе может быть использована при формировании структур элементов микрофлюидики, что является одним из перспективных направлений в бионанотехнологии. Целью данной работы является разработка технологии и исследование режимов наноразмерного профилирования поверхности подложки кремния методом локального анодного окисления и жидкостного травления для изготовления перспективных структур элементов ЛНК.

Для исследования режимов наноразмерного профилирования поверхности подложки кремния с помощью зондовой нанолаборатории Ntegra (NT-MDT, Россия) на поверхности подложки кремния, методом ЛАО, в контактном режиме, с использование кантилеверов марки NSG 11 с покрытием из Pt, формировались массивы из 49 оксидных наноразмерных структур (ОНС). Далее полученные ОНС травились в HF. Полученные АСМ-изображения ОНС кремния, а также профилированных наноразмерных структур (ПНС) после травления ОНС, обрабатывались с использованием пакета программы Image Analysis, в результате чего построены зависимо-

сти глубины профилированных наноразмерных структур, высоты и диаметра ОНС кремния при различном напряжение, различной относительной влажности.

Анализ полученных зависимостей показал, что при напряжении 15 В и относительной влажности 70±1% высота и ширина ОНС составляет 1,5±0,5 нм и 390±30 нм, соответственно. После травления полученных ОНС в HF глубина и диаметр составили 1±0,5 нм и 390±25 нм, соответственно. Полученные результаты могут быть использованы при разработке и исследовании элементов наноэлектроники и наносистемной техники с использованием методов зондовой нанолитографии. По параметрам приведенных выше был сформирован макет микрожидкостной ячейки ЛНК (**Рис. 1**)



а) б)

Рис. 1.- АСМ изображение элемента микрожидкостной ячейки: а) 2D; б) 3D.

Работа выполнена с использование оборудования Центра коллективного пользования и Научно-образовательного центра «Нанотехнологии» Южного федерального университета.

Реконструкция формы хиральных плазмонных наноструктур по данным АСМ

О.Ю. Рогов, Р.В. Гайнутдинов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов, А.В. Кондратов

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

В настоящее время повышение достоверности результатов исследования поверхности твердого тела методом АСМ-диагностики является одной из приоритетных задач исследования свойств наноразмерных и наноструктурированных пленок [1]. Для исследования 3D хиральных наноструктур сложной формы, которые обеспечивают аномальное пропускание света, экстремальную оптическую активность, хиральность [1,2], требуется проведение прецизионной АСМ-реконструкции топографии поверхности и решение сопутствующих задач конволюции сигнала [3].

Было показано, что для диагностики АСМ высокого качества требуются зонды особой формы для устранения ошибок конволюции, связанных с такими характеристиками как форма зонда, его наклон и аспектное соотношение [4]. Наряду с этим, сложная топография исследуемых хиральных наноструктур с точечной симметрии С4 (Рис 1а) может быть определена сканированием наклонным зондом в нескольких направлениях. Рассматриваемые зонды имеют высокое аспектное соотношение 1:8 и угол наклона 40° относительно нормали к плоскости держателя.

Изучение топографии структур проводилось в прерывисто-контактном режиме АСМ на сканирующем зондовом микроскопе NTEGRA PRIMA. Для восстановления формы всего отверстия изображения наноструктуры получались в 4 этапа с поворотом последовательно на 90°. (Рис 1 б, в) и использовать полученные данные АСМ-диагностики наноструктур для их последующей обработки в численных расчетах задач плазмоники [5].

АСМ-зонд (Рис 1.г) был изготовлен путем последовательного травления зонда сфокусированным ионным пучком в разных режимах с использованием шаблонов в виде концентрических кругов различного размера. Вначале выбиралась диафрагма 0,9 нА, задающая при травлении под углом выбранное аспектное соотношение. Затем ток уменьшается, с целью заострения вершины зонда. Так же уменьшается радиус закругления зонда, который на завершающем этапе травления составил около 10 нм.

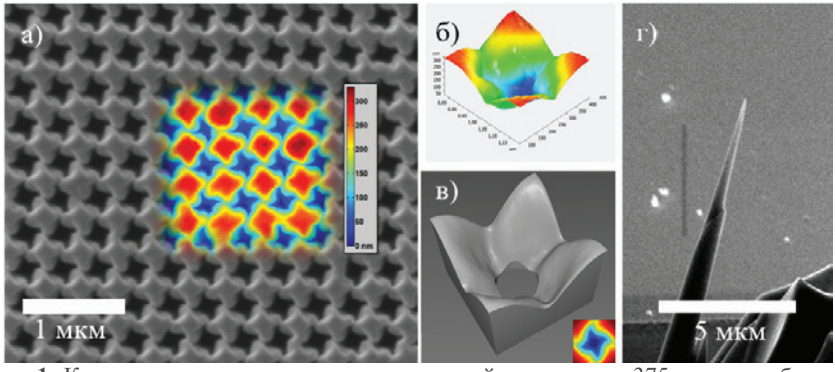


Рис. 1. Квадратная решетка винтовых отверстий с периодом 375 нм в серебряной пленке толщиной 380 нм: а) Изображение РЭМ, на вставке – фрагмент АСМ – изображения структуры; б) Изображение наноструктуры, реконструированное с помощью АСМ; в) 3D модель элементарной ячейки, полученная по данным АСМ реконструкции ячейки; г) РЭМ-микрофотография наклонного зонда АСМ.

Использование модифицированных травлением ионным лучом наклонных АСМ-зондов с асимметричной формой обеспечивает касание кончиком острия стенки отверстия в одном из секторов его сечения. Таким образом, реконструкция формы отверстий с использованием наклонных зондов дает результат, наиболее приближенный к реальному диаметру отверстия нашей структуры, и позволяет восстановить практически отвесные стенки исследуемой структуры.

Результаты получены в ходе выполнения проекта РНФ (проект №14-12-00416).

1. *M.V. Gorkunov, A.A. Ezhov, V.V. Artemov, O.Y. Rogov, and S.G. Yudin.* Appl. Phys. Lett. 2014, 104, 221102.

2. *M V. Gorkunov, V. E. Dmitrienko, A. A. Ezhov, V. V. Artemov and O. Y. Rogov,* Scientific Reports 2015, 9273

3. *C. Maragliano, A. Glia, M. Stefancich and M. Chiesa,* Meas. Sci. Technol. 2015, 26, 015002

4. *D. Hüser*, *W. Häßler-Grohne, J. Hüser,* Meas. Sci. Technol. 2013, 24, 115008

5. *J. Canet-Ferrer, E. Coronado, A. Forment-Aliaga and E. Pinilla-Cienfuegos,* Nanotechnology 2014, 25, 39

Оценка результатов топографического АСМ-анализа мембранных полимеров с помощью методов математической статистики

Т.С. Сазанова[1], В.Б. Куликов[1], К.В. Богачева[1,2], А.Е. Мочалова[2], И.В. Воротынцев[1]

1 Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, 603950, г. Нижний Новгород, ул. Минина, 24, Россия
2 Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23, Россия

В настоящее время интенсивно развиваются мембранные технологии разделения газовых смесей. Эти процессы характеризуются низкой стоимостью, простым аппаратурным оформлением, малой энергоемкостью и высокой эффективностью разделения газов. Мембраны успешно используют в процессах выделения водорода из других газов, обогащения воздуха кислородом и азотом, а также для очистки природного газа. Основными характеристиками мембран, определяющими область их применения, являются проницаемость и селективность газоразделения, а также устойчивость и механическая прочность в условиях эксплуатации.

Для возможности моделирования процесса разделения газовых смесей через мембрану необходимо знать топографические особенности и статистический закон распределения структурных единиц ее поверхности. Для изготовления мембран чаще всего используют полимерные материалы.

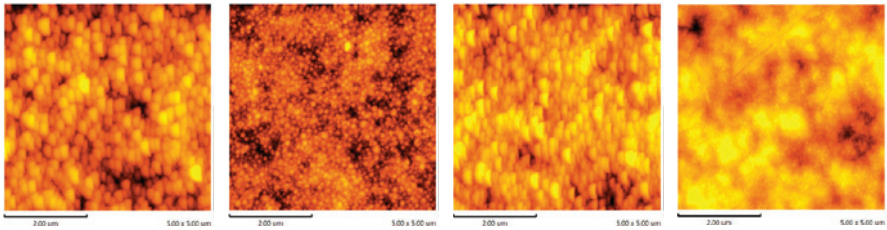
Для изучения поверхности полимерных мембран имеется целый ряд методов, включающих как физические исследования, так и методики, основанные на особенностях работы мембраны в разных условиях и средах. Подробные описания существующих методов можно найти, например, в работе [1]. Каждый из методов имеет свои достоинства, недостатки и область применения.

Для изучения полимерных поверхностей важную роль играет метод атомно-силовой микроскопии (АСМ). Этот метод позволяет изучать поверхности без предварительной обработки и специальной пробоподготовки, т.е. полимерная мембрана не претерпевает структурных преобразований, и появляется возможность изучать их в неизмененном состоянии. Этот метод, кроме того, обладает высокими разрешением, точностью и воспроизводимостью.

Результаты АСМ-сканирования представляются в цифровом формате, что позволяет обрабатывать их с помощью методов математической статистики [2], что и было реализовано в настоящей работе.

В качестве опытных образов для изучения была выбрана серия двух полимерных пленок: блок-сополимер хитозан/акрилонитрил (ХТЗ-б-АН) и привитой сополимер хитозан/акрилонитрил (ХТЗ-п-АН).

С помощью метода АСМ оба полимера были изучены до (рис. 1, а, в) и после газоразделения (рис. 1, б, г).



а) *б)* *в)* *г)*

Рис. 1. Изображения АСМ: а) ХТЗ-б-АН до газоразделения; б) ХТЗ-б-АН после газоразделения; в) ХТЗ-п-АН до газоразделения; г) ХТЗ-п-АН после газоразделения.

Для АСМ-сканирования использовался сканирующий зондовый микроскоп SPM-9700 (Shimadzu, Япония) в режиме модуляции силы. С учетом слабосвязанной структуры поверхности полимерных материалов для работы был выбран кремниевый вибрационный кантилевер POINTPROBE FMR-20 S/N-71814F8L882 (NanoWorld Innovative Technologies, США) с коэффициентом жесткости 1,3 Н/м.

В результате были определены основные параметры шероховатости поверхности полимеров и проведен их топографический анализ. Помимо этого была проведена оценка распределения структурных единиц (зерен) по размерам путем аппроксимирования гистограмм с использованием нормального и логнормального законов, справедливость которых была подтверждена с помощью критерия согласия Пирсона [3], наиболее строгого из известных.

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда в рамках проекта № 15-19-10057.

1. *C. Agarwal, A.K. Panday, S. Das, M.K. Sharma, D. Pattyn, P. Ares, A. Gowsami*. Journal of Membrane Science. 2012. V. 415-416. P. 608.

2. *Т.С. Сазанова, И.В. Воротынцев, В.Б. Куликов, И.М. Давлетбаева, И.И. Зарипов.* Мембраны и мембранные технологии. 2016. Т. 6. № 2.

3. *А.Ю. Ханукаева, А.Н. Филиппов, А.В. Бильдюкевич.* Мембраны и мембранные технологии. 2014. Т. 4. № 1. С. 37.

Особенности записи и динамики сегнетоэлектрических микродоменных структур в кристаллах ниобата бария-стронция, предназначенных для преобразования лазерного излучения

Л.В. Симагина[1], Р.В. Гайнутдинов[1], Т.Р. Волк[1], И.Д. Мишина[2], С.В. Семин[2], А.Л. Толстихина[1], Л.И. Ивлева[3]

[1]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр., 59, Россия.
[2]Московский государственный университет информационных технологий, радиотехники и электроники, 119454 г. г. Москва, Вернадского пр., 78, Россия
[3]Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38, Россия.

В настоящее время регулярные доменные сегнетоэлектрические структуры (РДС) микро- и субмикроскопического масштаба вызывают большой практический интерес с точки зрения возможности преобразования частоты лазерного излучения с их помощью [1]. Кристаллы релаксорного сегнетоэлектрика ниобата бария-стронция $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ (SBN-x), характеризующиеся высоким значением квадратичной восприимчивости [2] и низкими коэрцитивными полями, представляются перспективным материалом для создания в них доменных ансамблей заданной конфигурации с целью исследования на них параметрических нелинейно-оптических процессов. В настоящей работе с помощью комплекса методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), используемого в качестве эффективного инструмента для исследования процессов поляризации в сегнетоэлектриках и формирования в них доменных структур на субмикроскопическом уровне, изучалась специфика локальных процессов переключения и динамики доменов в кристалле SBN, а также были записаны и исследованы доменные ансамбли в SBN, предназначенные для генерации второй гармоники (ГВГ) лазерного излучения.

В качестве объекта исследования были взяты кристаллы конгруэнтного состава SBN-0,61 (SBN), выращенные модифицированным методом Степанова. Исследование сегнетоэлектрических свойств SBN на наноскопическом уровне проведено в исходно полидоменных кристаллах с использованием сканирующих зондовых микроскопов НТ-МДТ (Москва) в режиме микроскопии пьезоэлектрического отклика. Локальная переполяризация образцов и запись микродоменных ансамблей осуществлялась в режиме СЗМ-литографии при приложении импульсов постоянного напряжения амплитудой $U_{DC} \leq \pm 50$ В длительностью t_p от ~ 10^{-3} с. Исследование нелинейно-оптических свойств записанных РДС проводилось с помощью

метода нелинейной дифракции в геометрии на отражение с использованием фемтосекундного Ti-сапфирового лазера (λ_ω = 800 нм).

По результатам изучения сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN на наноуровне и сопоставления их с характеристиками переключения традиционных сегнетоэлектриков был выявлен ряд особенностей поляризации SBN. В частности, измерения локальных петель пьезоэлектрического гистерезиса импульсным методом при различных параметрах полевого циклирования позволили выявить низкочастотную дисперсию коэрцитивного поля кристалла и эффект обратного переключения. Обнаруженные аномалии находят качественное объяснение с точки зрения особенностей релаксорной природы изучаемого кристалла и обсуждаются на языке «пиннинга-депиннинга» доменных стенок на точечных дефектах.

С целью поиска способов повышения устойчивости доменных ансамблей было проведено исследование релаксации доменных структур, записываемых в кристаллах SBN, после выключения постоянного поля. Обнаруженная взаимосвязь геометрии (дискретности, размерности и отношения периметра к площади, характеризующего плотность доменных стенок) доменных ансамблей с кинетикой их распада представляется информативной для анализа механизма динамики доменов в релаксорах.

С использованием данных, полученных в рамках изучения процессов доменообразования с помощью метода СЗМ, была реализована запись периодических знакопеременных структур в кристаллах SBN в поле СЗМ-зонда с учетом соответствия периода РДС величине, необходимой для удвоения частоты Ti-сапфирового лазера в режиме фазового квазисинхронизма (QPM). Записанные РДС были исследованы на предмет временной (старение) и температурной динамики (отжиг), а также динамики при освещении УФ-излучением, с целью выявления возможных механизмов сегнетоэлектрической памяти. С помощью метода нелинейной дифракции полученные РДС были протестированы на способность к ГВГ в режиме QPM.

1. *M. M. Fejer, G. A. Magel, D. H. Jundt, and R. L. Byer*. IEEE J. Quantum Electron, (1992), 28 (11), 2631-2654.
2. *Yu. S. Kuz'minov*. Ferroelectric Crystals for Laser Radiation Control. Adam Hilger, Bristol, (1990).
3. *A. L. Kholkin, S. V. Kalinin, A., Roelofs, and A. Gruverman*. "Review of Ferroelectric Domain Imaging by Piezoresponse Force Microscopy," in Scanning Probe Microscopy., ed. S. Kalinin and A. Gruverman. Springer, New York, (2007), Vol. I, p. 173.

Новые подходы к формированию микрорельефа поверхности холестерических пленок циклосилоксановых олигомеров

О.В. Синицына[1], А.Ю. Бобровский[1], Г.Б. Мешков[2], И.В. Яминский[1, 2], В.П. Шибаев[1]

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

Разработка подходов для создания плёнок с заданной микроструктурой поверхности является важной задачей, так как рельеф существенно влияет на физические и химические свойства поверхности. В связи с этим особый интерес представляют ЖК полимеры и олигомеры, для которых наличие ориентационного порядка внутри плёнок приводит к формированию микрорельефа на их поверхности. Заданная микроструктура поверхности может быть заморожена в стеклообразном состоянии при охлаждении плёнок.

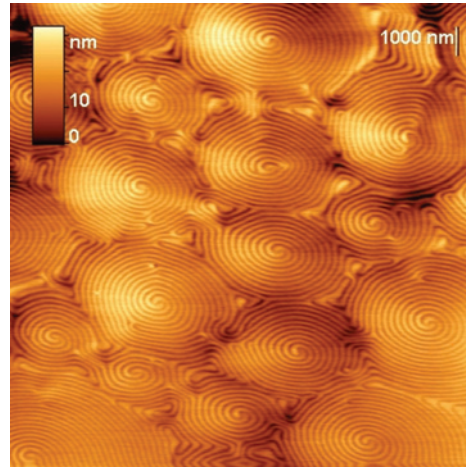


Рис. 1. Изображение АСМ (микроскоп ФемтоСкан, Центр перспективных технологий), полученное при температуре 100°С, холестерической пленки циклосилоксановых олигомеров SilGreen.

В работе исследовались образцы на основе холестерических циклосилоксановых олигомеров методом атомно-силовой микроскопии. На их по-

верхности наблюдался периодический рельеф, вызванный наличием холестерической спирали. Показано, что введение фотохромных хиральных добавок в циклосилоксановую матрицу, позволяет контролируемым образом изменять закрутку холестерической спирали в плёнках под действием УФ света, и, соответственно, период поверхностного рельефа [1, 2].

Установлено, что наблюдаемая текстура на поверхности плёнок определяется отношением величины шага холестерической спирали к их толщине. Для тонких плёнок реализуется структура типа “отпечатки пальцев”, при увеличении их толщины формируются конфокальные домены с двуспиральным рельефом (рис. 1). Изучение зависимости формы и размеров доменов от температуры показало, что рельефом поверхности плёнок можно эффективно управлять, выбирая подходящие условия отжига и режим охлаждения [3].

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта №14-13-00379.

1. *A. Bobrovsky, O. Sinitsyna, S. Abramchuk, I. Yaminsky, V. Shibaev.* Physical Review E, (2013), 87, 012503-1-012503-9.

2. *O. Sinitsyna, A. Bobrovsky, I. Yaminsky, V. Shibaev.* Colloid and Polymer Science, 2014, 292, 1567-1575.

3. *O.V. Sinitsyna, A.Yu. Bobrovsky, G.B. Meshkov, I.V. Yaminsky, V.P. Shibaev.* Journal of Physical Chemistry B, 2015, 119, 12708-12713.

Температурная динамика доменной структуры и диэлектрических свойств кристалла TGS вблизи T_K

А.Л. Толстихина[1], Н.В. Белугина[1], Р.В. Гайнутдинов[1], А.К. Лашкова[1], Е.С. Иванова[1], Г.И. Овчинникова[2]

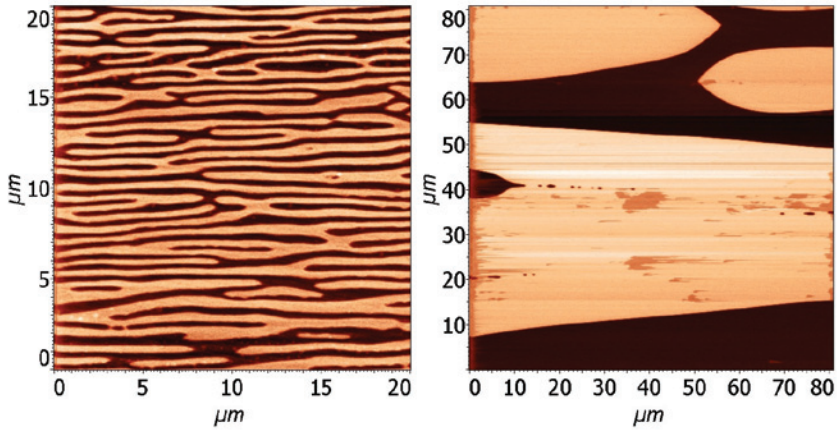
1 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский просп. 59, Россия
2 Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, Россия

В последние годы растет интерес к исследованию динамики доменной структуры и макроскопических диэлектрических свойств в предпереходных областях в сегнетоэлектриках. В данной работе приводятся результаты наблюдений *in situ* доменной структуры в области температуры Кюри классического водородсодержащего сегнетоэлектрического кристалла триглицинсульфата (TGS) методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) и исследования диэлектрических спектров, измеренных в широком диапазоне частот и температур.

Изображения доменной структуры получали в режиме микроскопии пьезоотклика (МПО) на приборе Ntegra prima (НТ-МДТ) при нагреве и охлаждении образца в области температур от 38 °С до температуры Кюри (T_K = 49,5 °С). Все эксперименты проводили в условиях высокой стабилизации температуры образца и выдержке во времени в каждой точке измерений. При охлаждении образца ниже T_K наблюдается активная перестройка доменной структуры, сопровождающаяся укрупнением доменов (рис.1). С помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1(Image Metrology) была проведена обработка изображений и проведен расчет отношения полного периметра доменных границ к площади изображения (*D),* который характеризует плотность доменных стенок по отношению к заданной поверхности (рис.2). Несмотря на схожесть общего хода кривых $D(T)$, полученных при нагреве и охлаждении, параметр D при одной и той же температуре различается (примерно на порядок), т.е. имеет место гистерезис. Активная фаза перестройки доменной структуры при нагревании происходит при более высокой температуре, чем при охлаждении (различие ~ 2°). Изменение скорости процесса доменообразования наблюдается в районе 46 °С.

Диэлектрические спектры были измерены при нагревании образца в температурном интервале вплоть до T_K в диапазоне частот от десятков герц до десятков гигагерц. Частотные зависимости ε’ и ε” обнаруживают дисперсию дебаевского типа при комнатной температуре на низких частотах, которая исчезает уже при температуре 40 °С, и резонансного типа на частоте 500 кГц. Максимум потерь приходится на температуру 42,1 °С. При этой

же температуре фиксируется отчетливый минимум на температурной зависимости средней ширины доменов.



а) *б)*

Рис. 1. МПО-изображения доменной структуры, полученные при охлаждении кристалла TGS 49 °C (а) до 42 °C (б). Полярная поверхность (010). Размер области сканирования 20×20 мкм (а), 80×80 мкм.

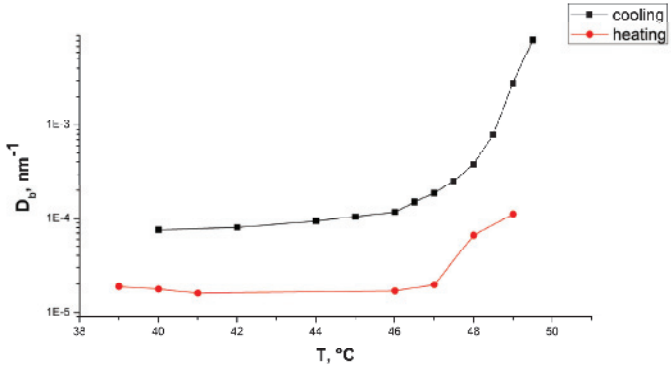


Рис. 2. Графики зависимости плотности доменов (D) от температуры T °C, полученные при нагреве и охлаждении кристалла TGS.

Таким образом, установлено соответствие между микроскопическими данными о перестройке доменной структуры кристалла TGS вблизи температуры Кюри и аномалиями диэлектрической проницаемости, рассчитанными в рамках модели динамической проводимости.

АСМ-исследование доменной структуры кристаллов TGS с примесью *D*-, *L*-α и *L*-α − аланина

А.Л. Толстихина[1], Н.В. Белугина[1], Р.В. Гайнутдинов[1], А.К. Лашкова[1], В.Н. Шут[2], И.Ф. Кашевич[2,3], С.Е. Мозжаров[2]

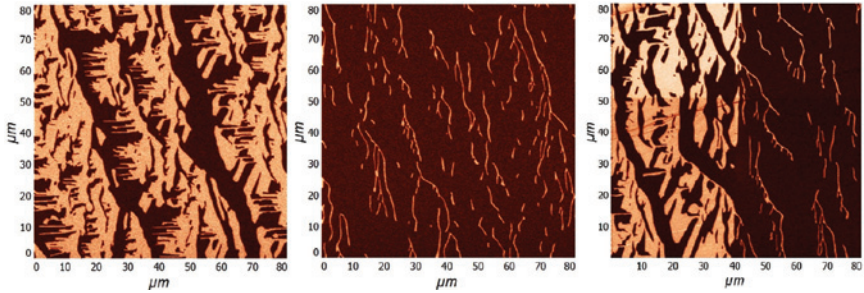
1. Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр-кт, 59, Россия
2. ВГУ им. П.М. Машерова, 210032, Витебск, Московский проспект, 33, Беларусь
3. Институт технической акустики НАН Беларуси, 210027, Витебск, пр-кт Людникова, 13, Витебск, Беларусь

Целью данной работы было исследование доменной структуры и диэлектрических свойств монокристаллов TGS с профильным распределением примесей *D,L*-α – аланина (DLATGS) и *L*,α – аланина (LATGS). Изоморфная глицину примесь α – аланина широко используется для стабилизации поляризации кристаллов [1]. Однако, доменная структура таких кристаллов прямыми микроскопическими методами изучена недостаточно. Наличие регулярных полос различного состава предоставляет уникальную возможность наглядно проследить за действием примесей, стабилизирующих поляризацию. Для визуализации доменной структуры и оценки ее параметров нами был использован метод микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО). Результаты микроскопического анализа структуры полосчатых монокристаллов (DLATGS – LATGS) были сопоставлены с данными макроскопических исследований диэлектрических свойств.

Объектом исследования служили кристаллы TGS – $(N^+H_3CH_2COOH)_2(N^+H_3CH_2COO^-)SO_4^{2-}$ с профильным распределением примеси *D*,α – и *L*,α – аланина. Кристаллы выращивали из двух различных кристаллизационных растворов, один из которых был только с примесью *L*,α – аланина, а другой с рацемической смесью (комбинированной) *D,L*-α – аланина, путем последовательного периодического доращивания кристалла в каждом из растворов. Установлено, что измеряемые образцы проявляли высокую пироэлектрическую активность без их предварительной поляризации в постоянном электрическом поле. В отличие от чистых кристаллов TGS на температурной зависимости γ (*T*) полосчатых кристаллов имелись пологие участки, где пирокоэффициент оставался постоянным в достаточно широком интервале температур. Последнее свойство считается важным наряду с высокими значениями пироэлектрических параметров для практического использования пироэлектриков.

Методом МПО исследовали доменную структуру кристалла DLATGS – LATGS и были получены контрастные изображения доменов разного знака на полярной поверхности того же образца (рис.1). Форма

сегнетоэлектрических доменов в полосах DLATGS и LATGS разительно отличается от характерной линзовидной или полосчатой, присущей номинально чистому TGS. Было получено панорамное изображение, составленное из 90 сканов, на котором можно проследить изменение доменной структуры при нарастании кристалла от затравки к поверхности. С помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1(Image Metrology) была проведена обработка МПО-изображений двух участков поверхности с одинаковой площадью 156777 мкм^2: первый – участок с похожими по размерам доменами сложной формы (полоса с примесью DLATGS), второй – практически монодоменный участок с ветвящимися доменами противоположной компоненты (полоса с примесью LATGS). Данные участки сравнивали по двум параметрам: по статической униполярности k и суммарному периметру l доменных стенок. Статическая униполярность отличается в 2 раза: k_1 = 0,46, k_2 = 0,93. Суммарный периметр доменных стенок отличается в 2,5 раза: l_1 = 89731 мкм l_2 = 35968 мкм. То есть, добавление примеси изомера *D*,α – к *L*,α – аланину в равном количестве в два раза уменьшает статическую униполярность, и при этом в 2,5 раза увеличивается периметр доменных стенок. Таким образом, в объеме кристалла формируются периодические доменные структуры (монодоменные или с высокой степенью униполярности), локальные сегнетоэлектрические характеристики которых отличаются примерно в два раза. Результаты микроскопического анализа структуры полосчатых монокристаллов (DLATGS – LATGS) находятся в хорошем соответствии с данными макроскопических исследований диэлектрических свойств.



а *б* *в*

Рис.1. МПО-изображение доменной структуры кристаллов в полосах: а – DLATGS, б – LATGS, в – на границе полос DLATGS – LATGS

1. *R.B.Lal, A.K. Batra.* Ferroelectric. (1993),142, 51-82.

Исследование морфологии структурных пленок димефосфона на различных поверхностях методом АСМ

Д.К. Усманов[1], О.А. Коновалова[1]

1. Казанский (Приволжский) федеральный университет, г. Казань, ул. Кремлевская, д. 16

Методы сканирующей зондовой микроскопии, к которым относится и широко распространенная атомно-силовая микроскопия (АСМ), являются мощным инструментом качественного и количественного исследования микро и нанообъектов неживой и живой природы. Одним из интересных объектов является лекарственный препарат димефосфон. До сих пор до конца остается не ясным изменение физико-химических свойств лекарственного препарата димефосфон в зависимости от его концентрации [1].

Как показали экспериментальные и клинические исследования, димефосфон наряду с малой токсичностью обладает широким спектром биологического действия: антиацидотические, вазоактивные, мембраностабилизирующие, нейропротекторные, кардио и нейротропные, антиагрегантные, противоаллергические, иммунокорригирующие, антигипоксические, антиоксидантные, бактеристатические, ранозаживляющие и радиопротективные. Широкий диапазон фармакологических эффектов объясняется нормализующим влиянием на процессы перекисного окисления липидов [2]. Считается, что димефосфон обладает низкой токсичностью и достаточно безопасен при длительном применении. Также одним из ценных свойств димефосфона является его способность воздействовать на механизмы регуляции мозгового кровообращения и функции нервной системы. Фармакологические свойства димефосфона являются достаточно разнообразными. Одним из важных свойств препарата можно назвать его способность регулировать органное кровообращение [3]. В связи со всем вышеуказанным изучение физико-химических свойств димефосфона, влияющих на адсорбцию и дальнейшее взаимодействие с поверхностью клетки и внутриклеточными структурами, представляется весьма перспективным.

Поэтому данная работа заключается в изучении адсорбированной пленки димефосфона на различных наноразмерных поверхностях на границе раздела фаз методами сканирующей зондовой микроскопии, результаты которых можно будет в дальнейшем использовать как модель действия лекарственного препарата на клеточную мембрану.

Благодаря предложенной модели клеточной мембраны (наноразмерная поверхность слюды и пирографита), удалось наглядно продемонстрировать варианты адсорбции молекул ДМФ разной концентрации (0,1%, 0,2%, 7%) на гидрофильную и гидрофобную поверхности.

1. *А.О. Визель.* Печать-сервис-XXI век, 2011, 189.
2. *И.Я. Раздольский.* Многотомное руководство по хирургии, 1963, 4, 181.
3. *Р.С. Гараев.* Казанский мед. журнал, 2008, 89, 585-590.

Атомная и электронная структура трехслойного графена на низкоиндексной и вицинальной поверхностях SiC(001)

А.Н. Чайка[1], О. Молодцова[2], С. Бабенков[2], А. Захаров[3], Yuran Niu[3], Д. Марченко[4,5], J. Sánchez-Barriga[4], P. Mandal[4], А. Варыхалов[4], A. Locatelli[6], A. Sala[6], T. Onur Mentes[6], Han-Chun Wu[7], B.E. Murphy[8], A. Syrlybekov[8], Jing-Jing Wang[8], Hong-Zhou Zhang[8], И.В. Швец[8], Tsung-Wei Huang[9], Ching-Ray Chang[9], Huajun Liu[10], Li Yang[11], Mohamed Abid[12], Mourad Abid[12], Yahya T. Janabi[13], С.Н. Молотков[1], В. Ю. Аристов[1, 2]

1 Институт физики твердого тела РАН, 142432, Черноголовка, Россия
2 HASYLAB at DESY, D-22607 Hamburg, Germany
3 MAX-lab, Lund University, Box 118, 22100 Lund, Sweden
4 Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, D-12489 Berlin, Germany
5 Freie Universität Berlin, D-14195 Berlin, Germany
6 Elettra Sincrotrone Trieste SCpA, Trieste, Italy
7 School of Physics, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China
8 CRANN and School of Physics, Trinity College, Dublin 2, Ireland
9 Department of Physics, National Taiwan University, Taipei, Taiwan
10 Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China
11 Electronic Engineering Institute, Hefei 230037, China
12 KSU-Aramco Center, King Saud University, Riyadh 11451, Saudi Arabia
13 Saudi Aramco Materials Performance Unit TSD, Dharhan 31311, Saudi Arabia

Синтез на пластинах SiC(001)/Si(001) [1,2] представляется перспективным способом производства графена для электронных технологий. В докладе представлены результаты исследований атомной и электронной структуры и транспортных свойств графена, синтезированного на низкоиндексной и вицинальной поверхностях SiC(001) в условиях сверхвысокого вакуума. Атомная и электронная структура слоев графена на SiC(001) изучены с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) атомарного разрешения, дифракции медленных электронов (ДМЭ), микроскопии медленных электронов, микро-ДМЭ и фотоэлектронной спектроскопии (ФЭС). Измерения транспортных свойств графена на базальной и вицинальной поверхностях SiC(001) выполнены в диапазоне температур 2—300 К с использованием четырехзондового метода (PPMS, Quantum Design).

Полученные результаты демонстрируют возможность синтеза сплошной пленки трехслойного графена однородной толщины на пластинах SiC(001)/Si(001) миллиметрового размера. С помощью микроскопии медленных электронов, СТМ, ДМЭ и ФЭС показано, что покрытие трехслойного графена на SiC(001) состоит из системы нанодоменов (шириной от 5 до 30 нанометров) с четырьмя предпочтительными ориентациями кристаллической решетки, соединенных между собой по границам раздела, ориен-

тированным приблизительно вдоль направлений <110> [3,4]. Данные ФЭС свидетельствуют о предпочтительности чередования слоев в трехслойном графене на SiC(001) по типу ABA [5]. Данные СТМ демонстрируют, что предпочтительное направление междоменных границ совпадает либо с направлением цепочек атомов углерода на поверхности SiC(001)-c(2×2), формирующейся перед высокотемпературным синтезом графена [4], либо с направлением ступеней на вицинальной подложке [5].

Использование вицинальной поверхности SiC(001)/2°-off Si(001) позволило синтезировать систему нанодоменов трехслойного графена с одним предпочтительным направлением междоменных границ, совпадающим с направлением ступеней. СТМ-исследования высокого разрешения показали, что решетки в соседних нанодоменах трехслойного графена асимметрично развернуты относительно междоменных границ. Такая асимметрия доменов приводила к формированию периодической структуры, состоящей из искаженных пяти- и семиугольников, с периодом 1.37 нм вдоль междоменной границы.

Транспортные измерения демонстрируют, что формирование системы нанодоменов с одним предпочтительным направлением междоменных границ на вицинальной поверхности SiC(001) приводит к открытию транспортной щели в наноструктурированном графене при температурах ниже 100 К [5]. Величина транспортной щели превышала 1 эВ при температурах ниже 50 К и составляла приблизительно 0.3 eV при 100 К.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты № 14-02-01234, 14-02-00949) и гранта Марии Кюри Европейской рамочной программы FP7.

1. *V.Yu. Aristov, G. Urbanik, K. Kummer et al*. Nano Letters, 10, 992 (2010).
2. *A. Ouerghi, M. Ridene, A. Balan et al*. Phys. Rev. B, 83, 205429 (2011).
3. *A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov et al*. Nano Res., 6, 562 (2013).
4. *A.N. Chaika O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov et al.* Nanotechnology, 25, 135605 (2014).
5. *H.-C. Wu, A. N. Chaika, T.-W. Huang et al*. ACS Nano, 9, 8967 (2015).

Секция 6.
Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений

Моделирование электронно-оптических систем электронных микроскопов с нелинейными элементами

Б.Н. Васичев[1], Н.Г. Власова[1], А.Д. Шабрин[2]

[1] РЭУ им. Г.В. Плеханова, 117997, г. Москва, Стремянный переулок, 36, Россия
[2] АО «НПО «Орион», 111538, г. Москва, ул. Косинская, д.9, Россия

УДК 621.385.833

В энергетически возбуждённых локализованных областях вакуумного пространства (кроссоверах) на оптической оси электронно-оптических систем (ЭОС), образуются стационарные распределения напряжённости электромагнитных полей. Вдоль электронно-оптической системы формируется объёмная периодическая структура энергетической неоднородности среды. Создаются пучности и минимумы распределения энергии, связанной с плотностью и энергией частиц. Энергия поля возбуждённой среды определяет порог геометрических размеров локализованных участков вакуумного пространства. В этом случае зону повышенной напряжённости поля можно рассматривать как нелинейное физическое поле. В неоднородностях поля происходит изменение параметров заряженных частиц (электронов, протонов, ионов) - эффекта Тейлора-Бёрша. Обычно величину этих эффектов определяют, используя линейную теорию взаимодействия, например, электронов с пространственным зарядом в области кроссовера. В области кроссовера происходит изменение траектории частиц. Поэтому зону повышенной напряжённости поля следует рассматривать как виртуальное нелинейное физическое поле, обладающее оптической силой [1]. Она зависит от плотности потока частиц в пучке. Меняя силу потока частиц, можно изменять оптическую силу виртуального физического поля, то есть управлять им. Распределение напряжённости этого поля в радиальном направлении значительно отличается от распределения, формируемого одиночной электронной линзой. Отличие состоит в том, что распределение напряжённости поля поперёк оптической оси максимально на оптической оси, а не на периферии, как в электростатической линзе; напряжённость поля спадает к периферии от оси. Это свидетельствует о том, что виртуальное электрическое поле обладает рассеивающими свойствами. То есть, мы, того не желая, вводим в ЭОС рассеивающие линзы, действие которых не учитывается при моделировании, конструировании и эксплуатации ЭОС.

Управляя положением виртуальных физических полей в ЭОС, можно изменять свойства электронно-оптической системы при соответствующем конструировании ЭОС путём подбора места и величины распределения поля пространственного заряда (кроссоверов) заряженных частиц. Исполь-

зуя конфигурацию потенциальных поверхностей виртуальных полей, расчёт, как обычно, сводится к решению самосогласованной граничной задачи для уравнения Пуассона. Предложен алгоритм, позволяющий адекватно описать процессы формирования пучков виртуальным физическим полем с помощью синтеза нескольких методов: метода решения уравнения Пуассона (метода переменных направлений); метода решения интегральных уравнений Фредгольма первого рода; метода расчёта траекторий путём решения уравнения Лоренца для траекторий частиц от области эмиссии и далее через кроссовер в остальной части поля в виде аберрационных разложений на основе метода τ - вариаций [2,3].

1. *Б.Н. Васичев, Н.Г. Фатьянова.* Моделирование эффекта спин поляризации магнитного момента в электронном кроссовере // Известия РАН. Серия физическая. 2011. Т. 75, N 9. С. 1252-1255.

2. *Б.Н. Васичев, Н.Г. Фатьянова.* Математическое моделирование и проектирование компьютерной оптики вакуумных электронно-лучевых вычислителей // Оборонный комплекс – научно-техническому прогрессу России. 2012. N 3. С. 56-60.

3. *Б.Н. Васичев.* Анализ продольных пространственных частот в многоэлементных электронно-оптических системах // Известия РАН. Серия физическая. 2001. Т. 65, N 9. С. 1338-1344.

Математические модели автоматизированного анализа и распознавания электронно-микроскопических изображений электронно-лучевым процессором

Б.Н. Васичев[1], Н.Г. Власова[1], А.Д. Шабрин[2]

[1] РЭУ им. Г.В. Плеханова, 117997, г. Москва, Стремянный переулок, 36, Россия
[2] АО «НПО «Орион», 111538, г. Москва, ул. Косинская, д.9, Россия

УДК 621.385.833

Электронно-микроскопические изображения содержат большие объёмы информации. При их идентификации и обработке возникают определённые трудности, которые могут быть исключены при использовании электронно-лучевых процессоров. Электронно-лучевой процессор – это новый вид процессора, обладающий огромным вычислительным потенциалом, что предвещает ему хорошее будущее. Полевая природа свободных электронов обуславливает многочисленные преимущества электронно-оптических технологий для решения задач обработки больших объёмов информации: частота оптического излучения при $10^{12} – 10^{16}$ Гц, позволяет создать до 10^5 информационных каналов со спектральной шириной до 100 ГГц; частота электронного излучения в пучке на несколько порядков больше чем фотонного излучения; передача информации электронным пучком может происходить почти со скоростью света с $\approx 3 \cdot 10^{10}$ см/с, в то время как скорость распространения электрического импульса по чипу определяется временем перезарядки цепи и реально составляет 1/20 – 1/30 с; большое число электронных пучков могут свободно проходить по одной и той же области вакуумного пространства; использование двумерного или трёхмерного изображения позволяет значительно увеличить плотность и скорость передачи информации; возможна обработка информации с использованием фазовых соотношений; состояния спин-поляризации электронов пучка могут увеличить объём переносимой информации вдвое; электронно-лучевая система практически не излучает во внешнюю среду, обеспечивая защиту от перехвата информации; электронно-лучевое устройство не излучает электромагнитные волны в окружающее пространство и нечувствительно к внешнему радиационному воздействию.

Рассматриваются математические модели автоматизированного распознавания электронно-микроскопических образов электронно-лучевым процессором и конструктивные особенности принципиально нового типа электронно-лучевого устройства.

1. *Б.Н. Васичев* // Известия РАН. Серия физическая. 1993. Т.57, N 8. С.131-136.

2. *Б.Н. Васичев.* Электронно-лучевые вычислители на базе микровакуумных ячеек // Прикладная физика. 1999. N 4. С. 38-48.

3. *B.N. Vasichev.* Control of spatial information of electron beam waves in electron beam computers and electron microscopes // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. 2001. Vol. 5025. P. 82–88.

Проблемы электронной микроскопии: техническое обслуживание

А.В. Волков, А.Ю. Свяжин

ПАО «КОРПОРАЦИЯ ВСМПО-АВИСМА» г. Верхняя Салда, Свердловская обл., Россия

Вопросы, решаемые с помощью аналитического оборудования, очень широки и охватывают абсолютно весь спектр процессов и явлений. За последние годы возможности исследовательского оборудования увеличились в разы, зачастую приводя к уменьшению времени на получение результата.

Неотъемлемой частью использования сложного аналитического оборудования является его сервисное обслуживание. На данный момент практически все новое аналитическое оборудование в РФ иностранного производства. В связи со сменой страны производителя и в целом эпохи, сменилась и система организации технического обслуживания: от «наладчика на каждом предприятии» до централизованного сервисного обслуживания, предоставляемого фирмой производителем.

Преимущества повышения квалификации сервисного персонала от более тесной связи с производителем на практике компенсируются сложностями организации сервиса за счет разделения областей интересов и финансовых источников сервиса и пользователя. Не способствует поддержанию оборудования в работоспособном состоянии жесткое разделение сфер и уровней доступа к оборудованию пользователя и сервиса.

В работе рассмотрена практика проблем технического обслуживания растрового электронного микроскопа. Показано, что производитель выстраивает очень невыгодные условия поставки запасных частей и сервисного обслуживания, навязывая свои условия, перелагающие большинство рисков организации поставщика запасных частей на организацию пользователя.

Пользователи оборудования не имеют действенных механизмов влияния на этот процесс.

Низковольтный гибридный (электронно-рентгеновский) наноскоп

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

1 МГТУ «МИРЭА», ИНПЦ СНК, 105275, г. Москва, Россия
2 ООО "Диагностика-М",105275,г. Москва, Россия

Для проведения определенных видов исследований наноструктурных объектов с высокими техническими параметрами в электронах и рентгене, а также с низкой стоимостью был разработан низковольтный гибридный наноскоп (НВГН) для диапазона 1-15кВ.

НВГН это значительно упрощенный вариант гибридных наноскопов [1] с использованием элементов конструкции выборгского микроскопа МРЭМ-200. Доработанная колонна микроскопа была перевернута, так чтобы объективная линза (ОЛ) была вверху и к ней был свободный доступ для размещения камер объектов, столиков, детекторов вторичных и прошедших электронов, а также рентгеновских детекторов (Рис1). Вакуумная система базируется на магниторазрядном насосе НМД-0,016 с применением клапанов собственной конструкции. Питание и управление от ПК осуществляется двумя блоками (~15плат), которые изготавливаются в СПб и Выборге. Колонна обеспечивает разрешение 20нм во вторичных электронах и 10нм в прошедших электронов. Кроме того, в колонну было введено для повышения разрешения при 1-5кВ промежуточное ускорение первичных электронов в пространстве от анода до средней плоскости ОЛ.

Для перехода в режим просвечивающего рентгеновского наноскопа под электронный пучок на специальном столике устанавливается мишень (слой металла) на вакуумноплотной подложке, через которую рентген выпускается на воздух к объектам и рентгеновским детекторам. Высокое разрешение в рентгене обеспечивается за счет использования микронных и субмикронных подложек из Be, Si_3N_4, C и др., которые минимизируют расстояние между объектом и электронным пучком на мишени (фокусным пятнам). Для фокусировки электронного пучка на мишени в растровом режиме используются сцинтилляционный детектор максимально приближенный к мишени, что позволяет регистрировать почти весь рентген от мишени. Далее детектор или отодвигается с уменьшением апертуры регистрации для работы в растровом режиме, или заменяется рентгеновской матрицей для проекционного режима, когда пучок останавливается в какой-то точке мишени. Возможно использование рентгеновской пленки.

Разрешение в растровом режиме определяется минимальным размером фокусного пятна (ФП), апертурой регистрации рентгена, пересчитанной к плоскости объекта, и количеством детекторов. Для получения по-

слойного изображения объектов целесообразно применять несколько детекторов, которые будут регистрировать одновременно несколько изображений под разными углами. При использовании высокоразрешающих детекторов и оптимизации параметров электронного пучка и мишени можно получить разрешения в растровом режиме - 50-70нм, а в проекционном режиме - 20-30нм. Разрешение в рентгене зависит от адсорбционного и фазового контраста деталей объекта, толщины объекта и ускоряющего напряжения. Адсорбционный контраст возрастает при понижении ускоряющего напряжения. При низком адсорбционном контрасте высокое разрешение может обеспечиваться фазовым контрастом, который образуется при определенных соотношениях между размером ФП и расстоянием между ФП и объектом.

По параметрам НВГН находится на одном уровне с импортными настольными РЭМ, но имеет больше функций и существенно меньшую стоимость. При необходимости в прибор может быть добавлен и зондовый микроскоп. Конструкция прибора отработана на нескольких экспериментальных образцах, что позволяет нам изготавливать приборы экономкласса по согласованным с заказчиком техническим требованиям.

1.В.Д.Гелевер, Е.Ю.Усачев, А.А. Манушкин. АНАЛИТИКА, 2015, 3.



а) б) в)

Рис.1Внешний вид электронно-зондовых модулей ГН и НВГН:

а) НВГН в режиме РЭМ с камерой объектов со столиком и детектором вторичных электронов; б) два ГН, а посередине НВГН,

в) НВГН с рентгеновским детектором.

Анализ сбора вторичных электронов при изменении рабочего отрезка

Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkinod@yandex.ru

Аналитически решена задача Дирихле для электростатического поля детектора типа Эверхарта-Торнли, расположенного под полюсным наконечником объективной линзы. Потенциал плоского полюсного наконечника и потенциал пластины-объекта приняты равными нулю, а значения потенциалов на эквипотенциальных поверхностях слева и справа от образца могут быть найдены из расчётов методом конечных элементов [1, 2] или методом поверхностных зарядов (интегральных уравнений) для случая, когда детектор достаточно удалён от полюсного наконечника. Проведён анализ свойств поля в зависимости от конструкторских параметров: рабочего отрезка, диаметра полюсного наконечника. Эта модель позволяет произвести быстрый анализ напряжённости поля и позволяет быстро построить траектории численным методом. По результатам расчёта предельных траекторий для геометрии камеры, показанной на рис. 1, были построены диаграммы сбора для разных рабочих отрезков. Потенциал детектора 8 кВ. Области, расположенные под кривыми, соответствуют электронам, попавшим на детектор. Очевидно, что все вторичные электроны с энергиями старта менее 50 эВ попадают на детектор, если рабочий отрезок L равен диаметру полюсного наконечника D. Диаграммы с большим отношением L/D полезны для анализа сбора отражённых электронов низких энергий и при размещении детектора над линзой. Если потенциал детектора мал, и рабочий отрезок короток, тогда диаграмма будет вертикальной линией с координатой γ=arctanD/2L.Электроны с нулевыми (бесконечно малыми) энергиями старта могут не попасть на детектор для L=0.4D. Этот результат, а именно, нижняя часть диаграммы приёма для малых L/D может отличаться для расчёта поля, проведённого численным методом, и для расчёта поля, проведённого аналитическим методом.

При приближении электронного пучка к краю микровыступа, вторичные электроны, двигающиеся по прямой (поле детектора мало меняется с изменением высоты микроступеньки), начинают перехватываться верхним краем микровыступа. При этом, если профиль микровыступа гладкий, x_{et} координата верхнего края приближается к пучку. Координата верхнего края микровыступа определяет угол затенения поверхности вблизи микроступеньки.

Видеосигнал от модельного профиля микровыступа для разных рабочих отрезков представлен на рис. 1, h – высота ступеньки, a – ширина

края, a= x_{et}-x_{eb}, x_{eb}- координата нижнего края ступеньки. Предполагался точечный источник вторичных электронов. Так как коэффициент сбора уменьшается с уменьшением рабочего отрезка L/D, величина правого максимума видеосигнала понижается при уменьшении коэффициента сбора (рис. 1).

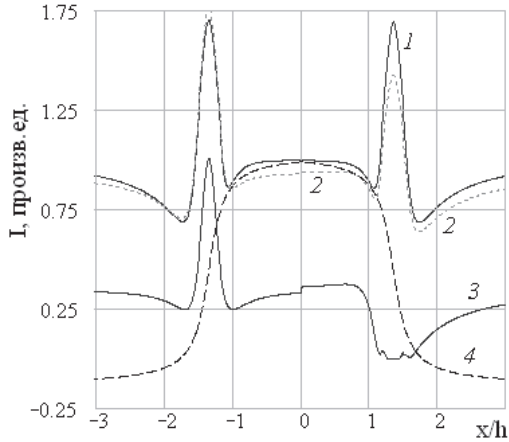


Рис. 1. Распределение интенсивности видео-сигнала I по координате x/h вдоль микровыступа для разных отношений длины рабочего отрезка L к диаметру полюсного наконечника D: 1 – L/D=1; 2 – L/D=0.6, 3 – L/D=0.4; 4 – модельная функция микроступеньки, h – высота ступеньки.

1. *А.А. Мельников, О.Д.Потапкин, Б.Н.Васичев* // Изв. РАН. Сер. физ. 2004. Т.68. №9, С.1358.

2. *B.N.Vasichev, A.A.Melnikov, O.D.Potapkin* // Proc. SPIE.2000. V.4187. P.28.

Анализ сбора вторичных электронов в низковольтной установке электронно-лучевой литографии

Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkinod@yandex.ru

В данной работе изучается случай кольцевого детектора, размещённого внутри трубки торможения, и предполагается, что рабочий отрезок имеет малую длину.

Если U_1 – потенциал анода пушки, U_2 – потенциал трубки торможения, тогда, как было показано в работах [1, 2], чем выше отношение $U_1/(U_1+U_2)$, тем лучше свойства поля между трубкой торможения и подложкой. Это поле играет роль объектива. Если потенциал подложки равен нулю, тогда U_1 – потенциал приземления. Как показали расчёты, аберрационные свойства этого поля действительно улучшаются, если учесть, что поле торможения между конденсорной линзой (нулевой потенциал) и трубкой торможения, расположенной в объективной линзе, уменьшает угол раскрытия осевой траектории. Для моделирования свойств объективной линзы использовались два аналитических наложенных поля: электростатическое поле двух цилиндров (первый из которых имитирует отверстие внутри полюса магнитной линзы, второй цилиндр имитирует трубку торможения) и магнитное поле линзы с радиальным зазором [3].

Для описания осевого распределения потенциала между цилиндрами, разделёнными зазором шириной s, использовалось поле из работы [4]:

$$U(z)=(V_1+V_2)/2+((V_2-V_1)/2w_1sR)[\ln(ch(w_1(z+s/2)/R))/\ln(ch(w_1(z-s/2)/R))], \quad (1)$$

где R – размер отверстия в первом (отверстие в полюсном наконечнике) и во втором цилиндре, $w_1=1.318$, V_1-потенциал на первом электроде, $V_1=0$, $V_2=U_2$ - потенциал на втором электроде. Так как поле слева на расстоянии 2R от центра зазора спадает до значения $0.05U_2$ для бесконечно малых значений s, длина каждого цилиндра должна быть не менее 2R для ослабления поля на мишени. Для первого цилиндра такая длина t будет достаточной для того, чтобы полюсный наконечник не насыщался, если R≥2 мм, число ампервитков $IW\leq 25U_1^{1/2}$ (рис. 1).Поле во всём пространстве может быть описано с помощью ряда Буша [4]:

$$U(z,r)=U(z)-U``(z)r^2/4+U^{IV}(z)r^4/64-U^{VI}r^6/2304+\ldots \quad , \qquad (1)$$

где U``- вторая производная осевого потенциала. Расчёты показали, что достаточно использовать 4 члена ряда. Усечённый ряд хорошо описывает поле в той области, где двигаются вторичные электроны.

В расчёте использовалась магнитная линза с радиальным зазором. Подложка в такой линзе погружена в сильное магнитное поле, это поле обладает низкими значениями сферической и хроматической аберраций. Для расчёта поля линзы с радиальным зазором использовалась модель Танга, свойства которой были проверены с помощью численных расчётов [3]. Индукция магнитного поля на оси на расстоянии 8 мм от центра зазора между цилиндрами равна 0.4Тл, в центре зазора она равна 6·10-4 Тл.

Вектор-потенциал магнитного поля во всём пространстве может быть описан уравнением [4]

$$A(z,r)=B(z)/2 - B``(z)r^3/16 + B^{IV}(z)r^5/6\cdot 64 -\ldots. \qquad (4)$$

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 полюсном наконечнике и 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, соответственно10 и 16 мм.

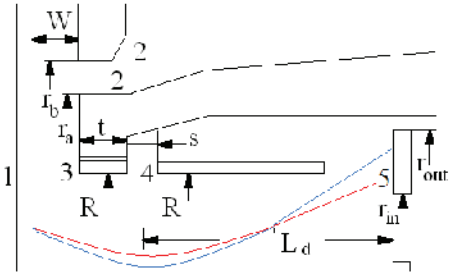


Рис. 1. Объектив низковольтной установки электронно-лучевой литографии: 1 – полупроводниковая подложка, 2 – полюсный наконечник, 3 – цилиндр, отделённый фторопластовой втулкой, 4 - цилиндр торможения, 5 – кольцевой детектор.

1. *L.Frank, I.M ullerova* //J. Electron Micr. 48, №3. 1999, p. 205-219.
2. *G.Knell, E.Plies //*Optik.108.№1.1998, p.37-42.
3. *T.-T. Tang, J.P. Song* // Optik.84.№1. 1990, p. 108-112.
4. М. Силадьи. Электронная и ионная оптика. М.:Мир.1990.

Пушки для электронно-лучевой литографии

Д.О. Жуков, О.Д. Потапкин

МИРЭА, 119454 Москва, Проспект Вернадского 78, Россия; potapkinod@yandex.ru

При разработке оборудования электронно-лучевой литографии высокой производительности возникает задача проектирования пушки с высоким значением эмиттанса [1] и высокой однородностью системы освещения маски или МЭМС, заменяющей маску [2, 3].

Для быстрого проектирования пушки используется модель, названная “Эквивалентный цилиндр”. Поле в пушке находится аналитически, а параксиальные и непараксиальные траектории строятся численными методами [4]. Получены аналитические формулы для размера кроссовера, угла раскрытия электронной пушки, эмиттанса. Выражение для размера кроссовера состоит из четырёх факторов: фактора анодного отверстия (линейное увеличение анодного пространства $M^a=2y^{1/2}/(3y^{1/2}-1)$ [5], фактора фокусного расстояния f, фактора анодного потенциала $(kT/eU_a)^{1/2}$, фактора масштабирования $R_m(R_m=R)$. Представление размера кроссовера в виде независимых сомножителей возможно только как результат важной закономерности: независимости фокусного расстояния (второго фактора) от потенциала в отверстии (третьего фактора). Тогда радиус кроссовера равен

$$r_{cr}^a=M^a f(kT/eU_w^0)^{1/2}=$$

$$\{2y/(3y^{1/2}-1)\}\{2{,}64-[1{,}18-0{,}5(x-0{,}5)]^2\}(kT/eU_a)^{1/2}R_m, \qquad (1)$$

где x=L/R, L – величина заглубления катода (длина цилиндра), R – радиус цилиндра Венельта, $y=\pi L_0/R$, L_0 – расстояние между анодом и цилиндром Венельта, T – температура катода, U_w^0 – потенциал в отверстии электрода Венельта, U_a – потенциал анода. Угол раскрытия может быть представлен как произведение углового увеличения, величины, обратной фокусному расстоянию, радиуса эмиссии R_0:

$$\gamma^a=m^a R_0/f=m^a(1-U_{wp}/U_c)R/f=$$

$$\{(3y^{1/2}-1)/2y\}\{2{,}64-[1{,}18-0{,}38(x-0{,}5)]^2\}^{-1}(0{,}12+0{,}38(x-0{,}5)^2), \qquad (2)$$

где U_{wp} – рабочий потенциал электрода Венельта, U_c – потенциал запирания пушки. Подставив угловое увеличение анодного промежутка $m^a=(3y^{1/2}-1)/2y$ [5] в (10), угол сходимости может быть записан так

$$\theta^a = \{(3y^{1/2}-1)/2y^{1/2}\}\{kT/eU_a\}^{1/2}/m\,. \qquad (3)$$

Так как общее линейное увеличение m безразмерный параметр, угол сходимости не зависит от фактора масштабирования. Но линейное увеличение катодной линзы зависит от начальной скорости и потенциала в отверстии, это свойство катодной линзы.

Эмиттанс генератора пучка определяется как произведение диаметра кроссовера пучка на полный угол сходимости пучка и на параметр а усечения пучка:

$$\varepsilon = 4ar_{cr}^{a}\gamma^{a} = 4a(0{,}12 + 0{,}38(x-0{,}5)^2)\{kT/eU_a\}^{1/2}, \qquad (4)$$

$$a = [-(1/2)\ln(1 - \eta_S)]^{1/2},$$

где η_S однородность пучка на мишени, которая равна

$$\eta_S = 1 - \Delta I_{cor}/\Delta I_c, \qquad (5)$$

ΔI_{cor} – ток пучка в углу проектируемого поля, ΔI_c – ток пучка в центре проектируемого поля.

1. *P. Kruit, S. Steenbrink, R. Jager, and M. Wieland//* J. Vac. Sci. Technol B. 2004.- 22(6), P. 2948-2955.

2. *M.A. McCord et al*. // Proc. of SPIE. Vol.8323.832311.2012.

3. *T. Gubiotti et. al.* // Proc. of SPIE. Vol.8680.86800H.2013.

4. *O.D. Potapkin* // "Equivalent cylinder" model for electron guns, Physics Proc. – 2008. - V. 1. - P. 77-85.

5. *M. Lenc, I.M*ü *llerova* //Ultramicroscopy .1992.№ 41. P. 411-417.

Модификация электронно-оптической системы сверх-быстрого РЭМ

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

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

В докладе представлена новая версия электронно-оптической системы (ЭОС) сверх быстрого РЭМ (СБ РЭМ).

По сравнению с установкой для контроля шаблонов для импринт- литографии [1], в конструкцию ЭОС были внесены следующие изменения:

1. Изменена концепция промежуточного ускорения-замедления электронов. Вместо системы из двух симметричных катодных линз, в которой энергия первичных электронов регулируется подачей отрицательного смещения на образец, использовано промежуточное ускорение при помощи бустера с потенциалом 8÷10 кВ. Ускоряющее напряжение при этом регулируется непосредственно источником высокого напряжения. Хотя в оптическом смысле обе системы идентичны, тем не менее, при одном и том же ускоряющем напряжении ЭОС с бустером имеет несколько весьма важных преимуществ: более высокую яркость катода и меньшие коэффициенты сферической и хроматической аберрации. Кроме того, отсутствие потенциала на образце существенно упрощает эксплуатацию РЭМ, позволяет подключать к образцу различные усилители и т.п.
2. Вместо электростатических элементов – дефлектора и стигматора – использованы электромагнитные. Это позволило увеличить поле сканирования с 0,2 х 0,2 мм до 1,2 х 1,2 мм при том же рабочем отрезке 5 мм. Дополнительно введены катушки юстировки электронного пучка. Основным недостатком электромагнитного отклонения является существенное снижение скорости векторного сканирования, что, однако, не является проблемой, т.к. СБ РЭМ предполагается использовать исключительно в растровом режиме с большим числом пикселей в строке.
3. Поскольку сцинтиллятор in lens детектора находится под потенциалом бустера, отпала надобность в дополнительном источнике высокого напряжения. При этом появилась возможность уменьшить диаметр отверстия для прохождения электронного пучка с 6 мм до 0,5 мм, что существенно повысило коэффициент сбора электронов при низких ускоряющих напряжениях.

Основные характеристики

Ускоряющее напряжение, кВ	0,001 – 5
Тип катода	ZrW
Разрешение на поле 10 х 10 мкм, нм	≤ 2
Разрешение на поле 1 х 1 мм, нм	≤ 10
Поле сканирования, мкм х мкм	1200 х 1200
Фактор качества (производительность/цена установки), относит. ед.	≥20000

1. *В.В. Казьмирук, Т.Н. Савицкая.* Материалы РЭМ-2011, Черноголовка, С.14, ISBN 978-5-89589-054-7

Перспективы использования систем с остросфокусированными электронными пучками для разработки и мелкосерийного производства СБИС

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

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

В докладе анализируется 3 возможных варианта использования электронно-лучевых литографов (ЭЛЛ) на различных этапах разработки и производства СБИС:

- Встраивание в существующие технологические линии для литографии критических слоев.
- Использование в R&D центрах для разработки и прототипирования.
- Использование в составе кластерной ячейки для разработки и мелкосерийного производства микроэлектронных приборов по гибридным технологиям.

В первом случае основной проблемой является низкая производительность ЭЛЛ. Требования к производительности можно оценить из следующего соотношения :

Throughput = RN/720, где R – норма запуска пластин в месяц, N- количество критических слоев на каждой пластине. Для КМОП технологии N = 10.

В современных технологических линиях норма запуска колеблется от 10 до 100 тыс. пластин в месяц.

, напылительные установки и т.д.), чтобы снизить стоимость конечного продукта. Следовательно, для обеспечения совместимости производительность ЭЛЛ должна быть 2,3 ÷23 пластины **в минуту**. Поскольку планируемая разработчиками производительность многолучевых ЭЛЛ составляет 10 – 20 пластин в час, становится очевидной неприменимость данного подхода для массового производства. Для запуска ограниченной партии пластин по данной технологии необходимо не только обеспечить полную совместимость процесса литографии с остальными технологическими шагами, но и разработать специальную маршрутную карту экспонированных пластин с тем, чтобы избежать снижения производительности технологической линейки.

Использование ЭЛЛ совместно со сверх быстрым РЭМ (СБ РЭМ) для разработки и прототипирования СБИС позволяет во много раз повысить скорость и качество разработки. Однако, и в данном случае необходимо тщательно продумывать технологические маршруты и вводить дополни-

тельную загрузку вспомогательного оборудования (центрифуги, имплантеры

И, наконец, при гибридных технологиях можно минимизировать состав оборудования в кластерной ячейке с ЭЛЛ и СБ РЭМ. Например, часть микроэлектронного прибора (усилители, АЦП, ЦАП, ПЛИС, элементы управления) выполняется на фаундри по известным технологиям. При этом оставляют место для активной части прибора: фотонного кристалла, датчика, детектора и т.д. Вставку активной части осуществляют в кластерной ячейке. Таким образом, можно ограничить состав ячейки минимальным набором технологического оборудования. Кроме того, меняя активную часть кристалла, можно создавать серии микроэлектронных приборов с различными характеристиками.

Разработка РЭМ для комплексных измерений субмиллиметровых структур с высоким разрешением

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

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

В настоящее время, наряду с микроэлектроникой, существует широкий класс задач, требующий для своего решения существенного совершенствования методов и оборудования растровой электронной микроскопии, например, измерение с высокой точностью параметров структур с размерами от нескольких сотен микрон до единиц миллиметров.
Для решения этих задач разрабатывается 2 новых версии РЭМ серии МикроСкан МС30: МС30.2 – комплексный измерительный РЭМ и МС30.3 – бюджетный вариант малогабаритного РЭМ с термоионным катодом (Учебный РЭМ).

Электронно-оптические системы МС30.1 (Сверхбыстрый РЭМ - СБ РЭМ) и МС30.2 (Комплексная измерительная система) являются идентичными, следовательно, основные технические характеристики, характеризующие скорость сбора данных, также совпадают. Основные отличия от МС30.1 состоят в следующем.

1. МС30.2 предназначен как для углубленного анализа проблем, возникающих при разработке и производстве микроэлектронных структур, так и для научных исследований в других областях. Режимы СТМ (АСМ) и работы на просвет – ПРЭМ- являются штатными. Это существенно расширяет функциональные возможности и, следовательно, область возможного применения прибора. Например, при комбинации РЭМ-СТМ можно реализовать более 100 режимов получения комбинированной информации о нанообъекте, причем с точной привязкой положения этого нанообъекта на большом образце. Комбинация РЭМ – ПРЭМ может быть использована при исследовании тонких пленок, графена и различных биологических объектов.
2. Максимальный размер объекта – 25 х 25 мм.
3. МС30.3 является бюджетной настольной версией и предназначен для использования как для научных исследований, так и для обучения. Основным отличием является более низкая разрешающая способность – около 10 нм в режиме высокого разрешения. Однако, это ограничение не является критичным для целого ряда применений. В целом, данный прибор не имеет аналогов в пределах свей категории ни по соотношению цена-качество, ни по набору функциональных возможностей.

Основные технические характеристики.

Параметр		МС30.2	МС30.3
Ускоряющее напряжение, кВ		0,001 – 5	0,001 – 5
Тип катода		ZrW	W
Разрешение	на поле 10 х 10 мкм, нм	≤ 2	10
	на поле 1 х 1 мм, нм	≤ 15	30
Поле сканирования РЭМ, мкм х мкм		1200 х 1200	1200 х 1200
Режим СТМ		+	+
Поле сканирования СТМ, мкм х мкм		30 х 30	30 х 30
Разрешение по высоте, нм		1.4	1.4
Режим ПРЭМ		+	+
Разрешение на поле 30 х 30 мкм, нм		≤ 3,5	≤ 15
Скорость регистрации изображения, Мпиксел/сек, макс		800	200
Вакуум в камере объектов, Торр		10^{-8}	10^{-5}
Вакуум в катодном узле, Торр		10^{-9}	10^{-6}
Столик объекта		X,Y +/- 10 мм R= 360^0 Z= +/- 1 мм	X,Y +/- 10 мм R= 360^0 Z= +/- 1 мм

Сравнительный анализ многопучковых и многоколонных систем электронной литографии

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

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

В настоящее время основные усилия по повышению производительности электронной литографии сосредоточены на создании многолучевых или многоколонных электронных литографов - МЭЛ и МКЭЛ соответственно.
В МЭЛ заданное число пучков получают из одного мощного пучка, а МКЭЛ представляет собой, по сути, набор однолучевых литографов достаточно малого размера. Оба подхода обладают своими достоинствами и недостатками. Например, МЭЛ может работать только в режиме растрового сканирования, из-за чего большинство пучков оказываются выключенными, имеет в лучшем случае один детектор, что существенно увеличивает время настройки и калибровки, и т.д. МКЭЛ работает в векторном режиме и имеет детектор в каждой из колонн, однако существенно большие габариты.
Оценки скорости экспонирования V_{exp} многолучевых литографов проводят по суммарному току на мишени [1]:

$$V_{exp} = I_{tot}/D, \quad (1)$$

где I_{tot} – суммарный ток, D - чувствительность резиста.
Однако, оценки производительности из выражения (1) применимы, с определенными оговорками, лишь для систем с векторным сканированием (МКЭЛ). В случае МЭЛ они оказываются завышенными на несколько порядков, поскольку не учитывают ряда факторов: размерность сетки экспонирования, погрешность совмещения, перекрытие полей и т.д.
В докладе приведен сравнительный анализ характеристик МКЭЛ с 9 колоннами и МЭЛ с общим числом пучков 31850 при экспонировании реальной структуры на пластине 200 мм (таблица 1).

Параметр	МКЭЛ -9 9 колонн	Mapper
Технологическая норма (ТН), нм (минимальный размер экспонируемых элементов)	**10**	**30**
Время экспонирования пластины, час Ø 200 мм, ТН = 22 нм	**1**	**невозможно**

Время экспонирования пластины, час Ø 200 мм, ТН = 45 нм	**≈ 0,47**	**1**
Поле экспонирования, мкм х мкм	**400 х 400**	**14 х 14 (49шт 2х2)**
Ускоряющее напряжение , кВ	**5**	**5**
Он-лайн коррекция параметров пучка и нелинейности развертки	+	-
Время разработки одного критического слоя	**1-2 дня**	**несколько месяцев (3-12)**
Фактор качества при производстве (производительность / цена установки), относит. ед.	**6,25**	**1**
Фактор качества при разработке, относит. ед.	**270**	**1 (3 мес)**

Табл.1 Сравнительные данные МЭЛ и МКЭЛ

1. *E. Munro*. Recent trends in electron optics. Proceedings 12th Congress on electron microscopy, V III, p 47, 2000.

Электростатическая объективная линза для растрового электронного микроскопа

И.Г. Курганов

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

В растровых электронных микроскопах в качестве объективных линз наибольшее распространение получили магнитные электронные линзы, по причине низких значений их коэффициентов осевых аберраций – сферической и хроматической. Однако при энергии электронов в сотни эВ коэффициенты осевых аберраций распространенных конструкций магнитных линз оказываются даже больше, чем коэффициенты аберраций некоторых электростатических линз применимых в качестве объективов. При низких ускоряющих напряжениях для получения высокого разрешения требуется использовать объективную линзу с коэффициентами осевых аберраций со значениями менее миллиметра.

Использование наложенных электрического и магнитного полей в объективной линзе низковольтного РЭМ позволяет существенно снизить коэффициенты аберраций, по сравнению с линзами без наложения полей [1]. В настоящее время объективные линзы с совмещенными полями широко применяются в низковольтных растровых электронных микроскопах, и некоторые производители РЭМ заявляют о достижении разрешения около 1 нм при 0,5 кВ пучке.

Тем не менее, задача разработки электростатических объективных линз для РЭМ и других электронно-лучевых устройств и систем является весьма интересной. Сейчас интенсивно развиваются ионно-лучевые методы микроскопии и обработки материалов, реализуемые естественно посредством электронно-оптических систем с электрическими линзами. Например, в [2] проведен расчет линзы для указанных применений, которая используется в настоящее время в современных системах со сфокусированным ионным пучком (FIB). Касаемо электростатической объективной линзы для растрового электронного микроскопа, хорошие результаты были получены в работе [3]. Однако дальнейшие работы по разработке электростатических объективов для растровых электронных микроскопов не публиковались.

Ценою худших аберрационных характеристик по сравнению с комбинированными линзами и, как следствие, при худшем получаемом разрешением микроскопа, электростатические объективные линзы позволяют упростить как разработку, так и конструирование РЭМ. В таблице 1 представлены значения коэффициентов аберраций для двух типов комбинированных линз, электростатического объектива и магнитной линзы, а также

приблизительные теоретические оценки размеров пучка, учитывающие осевые аберрации, в плоскости образца при конечной энергии в 100 эВ.

Тип линзы	Комбинированная «катодная» [4]	Комбинированная с бустером «Gemini» [5]	Электростатическая Zach'a [3]	Магнитная линза [4]
C_c, мм	0.08	0.12	0.41	2.8
C_s, мм	0.09	0.17	0.53	3.4
r_0, нм	6.1	7.3	13	36

Таблица. 1. Коэффициенты осевых аберраций различных объективов низковольтных РЭМ.

Из таблицы видно, что с иммерсионной электростатической линзой, представленной Цахом [3], возможно добиться радиуса пучка в 13 нм при энергии в 100 эВ. В этой связи, интерес представляет дальнейшее рассмотрение и поиск электростатических линз с целью применения их в качестве объективов РЭМ и определения круга их возможных применений.

В работе рассмотрено несколько вариантов электростатической линзы в качестве объектива для низковольтного РЭМ. Рассчитаны электронно-оптические характеристики объективов и коэффициенты аберраций. Дана оценка возможности их применения в растровых электронных микроскопах. Расчеты электронных линз производились в программе EOD [2].

1. *I. Mullerová, M. Lenc.* Ultramicroscopy, 1992, 41, 399-410.
2. *J. Orloff, L. Swanson.* J. Appl. Phys., 1979, vol. 50, 4, 2493-2501.
3. *J. Zach*. J. Nucl. Inst. Meth. A, 1990, 298, 255-259.
4. *В.В. Казьмирук, Т.Н. Савицкая.* Изв. РАН, сер. физ, 2010, V76, 9, 1263.
5. *J. Frosein, E. Plies, K. Anger.* J. Vac. Sci. Technol. B, 1989, 7, 1874-1877.
6. *B. Lencová, J. Zlámal*. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

Аппроксимация уровня серого как средство измерения размеров наночастиц металлов

Е.И. Суворова[1,2], Д.О. Шведченко[1]

1 Институт кристаллографии им.А.В. Шубникова, г. Москва, Россия
2 Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Centre Interdisciplinaire de Microscopie Electronique, CH-1015 Switzerland

Наночастицы металлов обладают рядом уникальных оптических, электрических и магнитных свойств. По этой причине наночастицы металлов привлекательны для задач катализа, конструирования сенсорных датчиков, топливных элементов, в задачах прочности и разработке лекарств. Свойства наночастиц сильно зависят от их размеров, что ставит перед исследователями задачу проведения их надёжной диагностики и статистического анализа. Электронная микроскопия очень хорошо подходит для данной цели, поскольку она является единственной методикой, способной дать прямое изображение наночастиц. Однако серьёзным недостатком микроскопии является необходимость измерения размеров большого числа наночастиц по их ПЭМ-изображениям.

Статистический анализ наночастиц в ПЭМ может быть произведён несколькими способами. В частности размеры наночастиц могут быть измерены вручную. Данный подход, однако, времязатратен и может обладать случайными и систематическими погрешностями, вызванными желанием оператора получить ожидаемый результат. Также применяются методы, основанные на бинаризации изображения. Данные методы игнорируют взаимное расположение пикселей и распознанные таким образом частицы могут иметь неправильную форму, что приведёт к искажению результатов. Кроме этого бинаризация неспособна обрабатывать изображения с неравномерным фоном. Также применяются другие методы, в частности, метод на основе измерения локальных корреляций на ПЭМ-изображении с реперным изображением наночастицы. Однако нет оценок точности данного подхода.

Целью нашей работы была разработка собственного алгоритма распознавания местоположения наночастиц на ПЭМ-изображениях и измерения их размеров. При этом мы руководствовались как соображениями быстроты и точности измерения диаметров, так и широтой интервала размеров наночастиц, на котором происходит корректное распознавание их местоположения.

Мы считаем, что методы бинаризации не подходят для точных измерений диаметров, однако могут служить в качестве вспомогательного механизма для обнаружения местоположения наночастиц на ПЭМ-снимке. По-

скольку методы бинаризации не способны давать достоверные результаты в случае изображений с неоднородным фоном, мы разработали алгоритм вычитания фона, который позволяет выровнять фон изображения по всей площади. Для точных измерений диаметра обнаруженной с помощью бинаризации наночастицы мы решили использовать алгоритм аппроксимации распределения уровня серого в рамках модели к имеющемуся распределению уровня серого на ПЭМ-изображении в окрестности изображения наночастицы. Нами было теоретически показано, что зависимость уровня серого в какой-либо точке на изображении от толщины наночастицы может носить немонотонный характер. Поэтому в нашей модели мы выразили зависимость уровня серого от толщины в виде полинома, степень которого может быть установлена не менее двух для учёта немонотонной этой зависимости. Толщина наночастицы в какой-либо точке вычислялась в сферическом приближении. По окончании аппроксимации диаметр частицы в рамках модели может быть принят за истинный диаметр наночастицы.

Мы реализовали указанные алгоритмы в собственной программе, которая после определения местоположения наночастиц на ПЭМ-изображении и грубой оценки их размеров последовательно для каждой частицы запускает процедуру аппроксимации и измеряет таким образом диаметр.

Программа была протестирована на ПЭМ-изображениях наночастиц серебра, синтезированных и стабилизированных с помощью полимеров на основе диметиламиноэтил метакрилата и метакриламидо-Д-глюкозы. Для анализа были выбраны два образца с узким распределением наночастиц, не превышающих 10 нм, и с широким распределением от нескольких нанометров до нескольких десятков нанометров и средним радиусом около 15 нм. Такие изображения позволяют проверить, как справляется наша программа с обработкой как маленьких частиц, так и частиц с большой разницей в диаметрах.Также мы провели статистический анализ частиц серебра на этих же изображениях с помощью измерений вручную, известной бесплатной программы ImageJ, и бесплатной программы Pebbles.

Результаты измерений вручную и нашей программы хорошо согласуются между собой. Однако, несмотря на совпадение формы распределения и значений средних диаметров, наша программа зафиксировала несколько больше частиц. Программа ImageJ, работающая на основе бинаризации, ошибочно распознала случайные шумы на изображении, что создаёт ложные пики в распределениях в области малых диаметров. Также ImageJ фиксирует значительно меньше частиц. Результаты работы программы Pebbles хорошо согласуются с результатами измерений вручную и нашей программы в случае частиц с узким распределением. Однако обработать изображения существенно различающихся по диаметру наночастиц программа Pebbles оказалась неспособна.

Программа Automatic Nanoparticle Numerator (ANN) для измерения диаметров наночастиц в ПЭМ/СПЭМ.

Д.О. Шведченко, Е.И. Суворова

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

Просвечивающая электронная микроскопия дает прямое изображение наночастиц вплоть до нанометровых размеров, однако сбор надёжной статистики диаметров нанометровых частиц осложняется их низким контрастом. В то время как проведение быстрого и надёжного статистического анализа наночастиц диаметром менее 10 нм необходимо для решения задач в биологии, медицине, катализе, создании топливных элементов и сенсорных датчиков.

Для измерения диаметров наночастиц по их ПЭМ/СПЭМ-изображениям применяются различные подходы. Измерения диаметров вручную позволяют избегать ошибок, присущих автоматизированным алгоритмам, однако являются времязатратными и требуют от оператора кропотливости. Известная программа ImageJ [1] производит статистический анализ с помощью процедуры бинаризации изображения. Нашли свое применение методы основывающиеся на локальной бинаризации изображения [2], где порог бинаризации выбирается локально для каждого фрагмента изображения. Такой адаптированный метод бинаризации способен корректно обрабатывать изображения с неравномерным фоном. Однако бинаризация как таковая не может гарантировать высокой точности измерений и отсутствия систематических ошибок. Был предложен ряд алгоритмов, не основанных на бинаризации [3],[4], но они также обладают рядом серьёзных недостатков.

Мы разработали собственный алгоритм для статистического анализа наночастиц с использованием их ПЭМ/СПЭМ-изображений. При этом бинаризация используется лишь как вспомогательная процедура для обнаружения местоположения наночастиц. Данный алгоритм реализован в программе ANN (Automatic Nanoparticle Numerator).

В случае масс-толщинного контраста аморфных частиц и кристаллических частиц вне брэгговского положения интенсивность прошедшего пучка электронов I_0 монотонно спадает с толщиной образца t. Передаточная функция CCD-камеры $g(I_0)$, связывающая интенсивность электронного пучка I_0 и уровень серого в соответствующей точке электронно-микроскопического снимка g, также носит монотонный характер. Таким образом, для случая масс-толщинного контраста зависимость уровня серого от толщины наночастицы $g(t)$ носит монотонный характер. Единственной причиной нарушения данной монотонности является формирование дифрак-

ционного контраста. Как известно из двухлучевой динамической теории дифракции, зависимость интенсивности прошедшего электронного пучка от толщины образца носит гармонический характер, т.е. зависимость уровня серого от толщины наночастицы $g(t)$ также носит гармонический характер для кристаллических частиц, находящихся в брэгговском положении.

В качестве алгоритма для измерения диаметра наночастицы мы выбрали аппроксимацию распределения уровня серого в рамках модели к реальному распределению уровня серого на электронно-микроскопическом снимке в окрестности изображения наночастицы. Так как любая реальная зависимость может быть аппроксимирована полиномом с достаточно большой степенью, в качестве модели была выбрана полиномиальная зависимость уровня серого от толщины наночастицы с неопределёнными коэффициентами $g(t) = g_0 + g_1 t + g_2 t^2 + \cdots$. Старшая степень полинома выбирается достаточно большой, чтобы модель учитывала возможную немонотонность зависимости уровня серого от толщины наночастицы. В сферическом приближении толщина наночастицы в некоторой точке (x, y) выражается как $t(x,y) = \sqrt{\left(\frac{d}{2}\right)^2 - (x - x_c)^2 - (y - y_c)^2}$. В процессе аппроксимации вычисляются неопределённые коэффициенты g_i, координаты центра частицы (x_c, y_c) и диаметр d . По окончании аппроксимации результирующий диаметр берётся в качестве диаметра наночастицы.

В работе проведено сравнение результатов статистического анализа ПЭП/СПЭМ-изображений наночастиц серебра с помощью измерений вручную, автоматизированной обработки с помощью ImageJ и с помощью программы ANN. Было установлено, что алгоритм ImageJ склонен переоценивать долю малых частиц, принимая случайные шумы за частицы маленького размера, а также долю больших частиц, не разделяя изображения наложившихся частиц. Анализ показал хорошее согласование результатов, полученных с помощью ручных измерений, проведенных в [5] для 1000 случайно выбранных частиц, со статистикой, полученной с применением разработанной программой ANN.

1. W. S. Rasband, *http,//imagej.nih.gov/ij/,* 1997–2011.

2. L.C. Gontard, D. Ozkaya, R.E. Dunin-Borkowski Ultramicroscopy, 2011, 11, 101-106.

3. S. Mondini, A. M. Ferretti, A. Puglisi, A. Ponti Nanoscale, 2012, 4, 5356-5372

4. R. Fisker, J.M. Carstensen, M.F. Hansen, F. Bodker, S. Morup Journal of Nanoparticle Research, 2000, 2, 267-277.

5. D. O. Shvedchenko, T. N. Nekrasova, O. V. Nazarova, P. A. Buffat, E. I. Suvorova Journal of Nanoparticle Research, 2015, 17, 275.

Секция 7.
Рентгеновская оптика, рентгеновская и оптическая микроскопия

Рентгеновский микроанализ нанопленок

С.А. Дарзнек[1], А.Ю. Кузин[1], В.Б. Митюхляев[1], П.А. Тодуа[1], М.Н. Филиппов[1,2]

1 ОАО «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума», 119421, г. Москва, ул. Новаторов 40, корп.1
2 Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, 31

Для анализа тонких пленок на подложках традиционно применяются такие методы как рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, вторично-ионная масс спектрометрия, Оже-спектроскопия, спектроскопия Резерфордовского обратного отражения и другие. Метод рентгеновского микроанализа (РМА) получил широкое распространение для анализа твердотельных структур с характерными размерами не менее порядка 1мкм, которые обусловлены размером области взаимодействия электронного пучка с объектом. В этом случае метод ZAF-поправок позволяет проводить количественный элементный анализ исследуемого образца.

В последнее время начали развиваться методы, направленные на использование метода РМА для анализа тонких пленок субмикронной толщины на подложках. При этом усилия исследователей направлены как на обеспечение точности измерений параметров структуры пленка-подложка [1], так и на развитие новых подходов, позволяющих повысить чувствительность метода РМА для измерений ультратонких слоев на подложках. В последнем случае предлагается, например, метод, реализующий скользящий выход рентгеновского излучения [2].

В данной работе на примере структуры пленка Cr – кремниевая подложка представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований возможности регистрации ультратонких слоев на подложке методом РМА при наклонном расположении исследуемого образца.

Моделирование траекторий электронов по методу Монте-Карло в структуре пленка-подложка проводилось в приближении непрерывных потерь энергии. Получены теоретические зависимости интенсивности К-линии Cr от угла наклона α образца для значений толщины пленки 20 нм и 1,4 нм при энергии электронов пучка 8 кэВ, которые свидетельствуют о возрастании интенсивности К-линии Cr при наклоне образца.

Эффект увеличения интенсивности К-линии Cr при наклоне обусловлен уменьшением эффективной глубины распространения электронов первичного пучка РЭМ в образце. Приведенные расчетные данные свидетельствуют о том, что указанный эффект менее выражен для больших толщин, что можно объяснить фактором увеличения доли обратно-рассеянных элек-

тронов при наклоне, который в определенной степени компенсирует уменьшение толщины области взаимодействия электронов с образцом. В предельном случае очень больших толщин, который соответствует объемному образцу хрома, происходит монотонное уменьшение интенсивности К-линии Cr при увеличении угла наклона образца.

Для экспериментального подтверждения полученных теоретических зависимостей проведены исследования в растровом электронном микроскопе JSM 6460 LV, оснащенном энерго-дисперсионной приставкой INCAx-sight, при энергии электронов 8 кэВ. Пленка хрома толщиной 1,4 нм на Si подложке формировалась методом магнетронного напыления. Полученная экспериментальная зависимость К-линии Cr от угла наклона соответствует расчетной.

Эксперименты показали, что при наклоне образца существенно возрастает способность метода РМА к детектированию тонких поверхностных слоев. Это объясняется тремя причинами. Во-первых, возрастает интенсивность К-линии Cr, что было показано теоретически и
экспериментально. Во-вторых, при наклоне образца уменьшается интенсивность тормозного фона, в данном случае более чем в 2 раза, что соответствует уменьшению более чем в $\sqrt{2}$ раз уровня шума, связанного с тормозным фоном. Уменьшение интенсивности тормозного фона обусловлено увеличением коэффициента обратно-рассеянных электронов. В третьих, при наклоне уменьшается интенсивность К-линии Si от подложки примерно в 2 раза, что позволяет увеличить в 2 раза ток электронного пучка для уменьшения относительных величин шумов при сохранении той же средней скорости счета рентгеновского детектора.

Приведенные оценки показывают, что для исследуемой структуры «тонкая пленка хрома на кремниевой подложке» при энергии электронов 8 кэВ наклон образца на 80^0 позволяет примерно в 10 раз увеличить чувствительность метода РМА к детектированию следовых содержаний Cr. Экспериментально доказана возможность детектирования пленки Cr на кремниевой подложке со средней толщиной 0,12 нм указанным методом.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ, соглашение №14-19-01652.

1. *V.Stary, K.Jurek*. Mikrochim. Acta, 2002, 139, 179-184.
2. *K.Tsuji*. Spectrochimica Acta Part B, 2005, 60, 1381-1391.

Влияние диэлектрической поляризуемости поверхности слоистой среды на отражение рентгеновских лучей вблизи ПВО

А.А. Дышеков

Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова, 360004, г. Нальчик, ул. Чернышевского 173, Россия

Отражение рентгеновских лучей от слоисто-неоднородной среды, в которой поляризуемость зависит от одной координаты $t = z/H$ по направлению в глубь кристалла $\chi = \chi(t)$ описывается системой для амплитуд E электрического и тангенциальной компоненты магнитного поля H_t [1]:

$$\frac{d}{dt}\begin{pmatrix} E(t) \\ H_t(t) \end{pmatrix} = i\kappa \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ \eta^2 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E(t) \\ H_t(t) \end{pmatrix} \tag{1}$$

Здесь $\kappa = 2\pi H/\lambda$ – волновой вектор, $\eta^2 = \sin^2(\theta) + \chi(t)$, θ – угол падения излучения на поверхность кристалла. Координата t нормирована на некоторую характерную величину H – толщину слоя, период сверхструктуры и т.д.

В случае $\chi = \text{const}$ решение (1) имеет вид:

$$\mathbf{U}(t) = \mathbf{L}(t)\mathbf{R} \ , \tag{2}$$

где

$$\mathbf{L}(t) = \begin{pmatrix} \cos(\eta\kappa t) & \frac{i}{\eta}\sin(\eta\kappa t) \\ i\eta\sin(\eta\kappa t) & \cos(\eta\kappa t) \end{pmatrix} , \tag{3}$$

$$\mathbf{R} = \begin{pmatrix} E_0 + E_R \\ \eta_0(E_0 - E_R) \end{pmatrix} , \tag{4}$$

$$\mathbf{U}(t) = \begin{pmatrix} E(t) \\ H_t(t) \end{pmatrix} \tag{5}$$

$\eta_0 = \sin(\theta)$ – нормальная компонента волнового вектора падающей на кристалл волны, E_0 и E_R – амплитуды поля падающей и зеркально отраженной волн, соответственно.

Однако из (2) нельзя непосредственно получить E_R от полубесконечного кристалла, поскольку она входит в начальные условия (4). Потребуем выполнения физического условия $\mathbf{U}(t \to \infty) = 0$. Тогда (2) можно рассматривать как однородную систему относительно амплитуд волн $\cos(\eta\kappa t)$ и $\sin(\eta\kappa t)$. Условие совместности приводит к уравнению:

$$\begin{vmatrix} E_0 + E_R & \frac{i\eta_0}{\eta}(E_0 - E_R) \\ \eta_0(E_0 - E_R) & i\eta(E_0 + E_R) \end{vmatrix} = 0 \qquad (6)$$

Решая (6) относительно E_R, получим классический результат:

$$E_R = \frac{\eta_0 - \eta}{\eta_0 + \eta} E_0 = \frac{\sin\theta - \sqrt{\sin^2\theta + \chi}}{\sin\theta + \sqrt{\sin^2\theta + \chi}} E_0 \qquad (7)$$

При выводе (7) этом волновое поле в кристалле не разделяется на проходящую и отраженную волны, как это делается в теории дифракции. Такой подход оказывается возможным распространить и на структуру с переменной $\chi(t)$.

Система (1) эквивалентна уравнению Лиувилля

$$\frac{d^2E}{dt^2} + \kappa^2\eta^2 E = 0 \qquad (8)$$

В случае $\kappa >> 1$ это уравнение имеет решение в виде ВКБ-приближения [2]. В условиях применимости ВКБ-приближения аналогично (3) строится матрица, элементы которой имеют смысл волн, распространяющихся в среде. По аналогии с идеальным кристаллом условие затухания волн на бесконечности приводит к однородной системе относительно амплитуд волн. Решение этой системы относительно E_R имеет вид

$$E_R = \frac{\eta_0 - \eta(0)}{\eta_0 + \eta(0)} E_0 = \frac{\sin\theta - \sqrt{\sin^2\theta + \chi(0)}}{\sin\theta + \sqrt{\sin^2\theta + \chi(0)}} E_0 \qquad (9)$$

Очевидно, в случае идеального кристалла (9) переходит в (7). Как видно из (9), E_R зависит от поляризуемости кристалла на поверхности. Эта зависимость, разумеется, пренебрежимо мала при обычных углах отражения, однако по мере приближения к области ПВО, она становится более значительной. Отметим, что формула (9) справедлива только при отсутствии точек поворота t_i функции $\eta(t)$, определяемых условием $\eta(t_i) = 0$. Такие точки, как видно из (9) появляются в области ПВО. Рассмотрение задачи отражения в области ПВО требует отдельного рассмотрения в связи с необходимостью получения соответствующего равномерно пригодного решения. Очевидно, в этом случае характер отражения определяется конкретной функциональной зависимостью $\chi(t)$ и амплитуда отражения уже не определяется общей формулой (9).

1. *М.А. Андреева, Р.Н. Кузьмин.* Мессбауэровская и рентгеновская оптика поверхности. М. Изд. Общенац. акад. знаний. 1996. 128 с.

2. *М.В. Федорюк.* Асимптотические методы для линейных обыкновенных дифференциальных уравнений. М. Наука. 1983. 352 с.

Рентгеновские методы исследования элементного состава материалов наноэлектроники

В.К. Егоров[1], Е.В. Егоров[1], Е.М. Лукьянченко[2]

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
2. ООО «Полюс», Санкт Петербург, Россия

Одним из фундаментальных направлений инновационного развития наноэлектроники является планарная гетероструктурная технология. В ее основе лежит развитие технических процедур получения одно и многослойных плоских структур с заданными параметрами и элементным составом, наносимых на различные подложки. Толщины нанослоев в подобных структурах обычно задаются технологически и могут быть количественно и недеструктивно проконтролированы методом резерфордовского обратного рассеяния ионов [1]. Проблема качества гетероэпитаксии успешно решается на основе данных каналирования ионов в этих структурах [2]. А вот для анализа элементного состава таких объектов наиболее подходящими представляются методы, основанные на регистрации выхода характеристической рентгеновской флуоресценции атомов, составляющих изучаемые образцы [3]. Использование стандартной измерительной геометрии (45-45°), для элементной диагностики планарных наноструктур малоэффективно. Для элементной диагностики подобных объектов наиболее эффективен метод рентгенофлуоресцентного анализа в условиях полного внешнего отражения потока возбуждения (РФА ПВО) [4] и смежной с ним процедуры рентгенофлуоресцентного тестирования при малоугловом рассеянии возбуждающей радиации. РФА ПВО спектрометрия характеризуется низким значением в экспериментальном спектре фоновой составляющей и отсутствием необходимости во введении матричных поправок, что является следствием низких значений глубины проникновения (3-5 нм). На рисунке 1 представлены спектры выхода рентгеновской флуоресценции для тонкопленочной структуры Au (9 нм)/Si, зарегистрированные в условиях применения стандартной и ПВО геометрии при идентичных параметрах работы источника излучения БСВ-27 (Ag), U=26 кэВ, I=10 мА. Сравнение показывает преимущества использования РФА ПВО анализа. При превышении критического угла ПВО для получения элементной концентрационной зависимости по толщине многослойных структур выполняется последовательная регистрация спектров для серии скользящих углов падения потока возбуждения. РФА ПВО спектрометрия недостаточно эффективна для определения содержания легких элементов. Этот недостаток может быть компенсирован за счет замены рентгеновского потока возбуждения на пуч-

ки протонов средних энергий (E_0=0.7-2 МэВ) [6]. В работе приводятся экспериментальные данные по изучению многослойных структур методами РФА ПВО и РФА в условиях малоуглового возбуждения, а также результаты РФА ПВО измерений при ионном возбуждении рентгенофлуоресценции.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проекты №№15-08-02618, 16-07-00665, 16-29-11677).

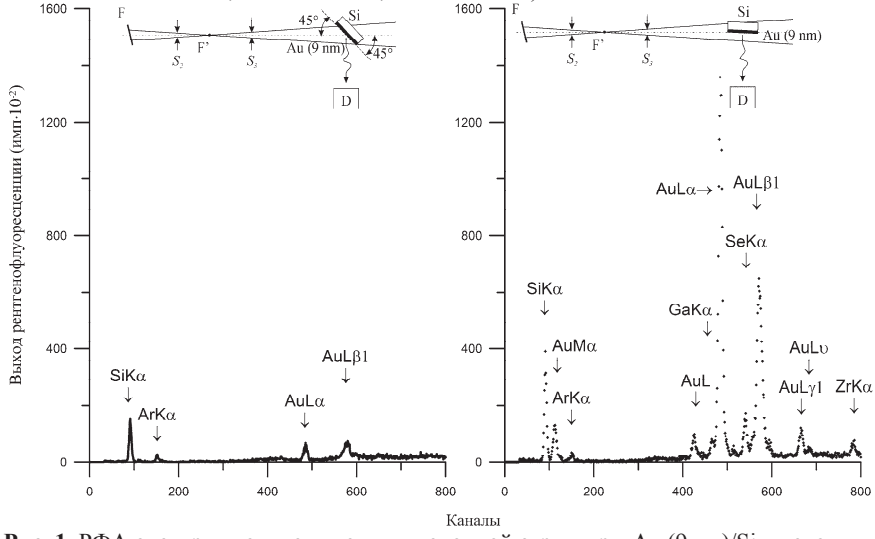


Рис. 1. РФА спектры, полученные для пленочной структуры Au (9 нм)/Si в условиях стандартной измерительной геометрии (а) и при полном внешнем отражении потока возбуждения (б). Геометрии измерений показаны в верхней части рисунка. Энергетическая цена канала 20 кэВ/канал. S_1=S_2=6 мкм, τ=300 сек.

1. *Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, И.С. Ташлыков*. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Минск: Университетское, 1987. 256 с.

2. *Л. Фельдман, Д. Майер.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.: Мир, 1989. 342 с.

3. *В.Г. Павлинский*. Рентгеновская флуоресценция. Иркутск: ИГУ, 2013. 85 с.

4. *R. Klockenkamper, A. von Bohlen.* Total reflection x-ray fluorescence analysis and related methods. New York: Wiley, 2015. 519 p.

5. *S.A.E. Johansson, J.L. Campbel, K.G. Malmquist*. Particle-induced X-ray emission spectrometry (PIXE). New York: Wiley, 1995. 451 p.

Моделирование фильтрации флюида через модель пустотного пространства терригенного коллектора, полученной по данным рентгеновской компьютерной микротомографии

В.П. Загвоздин[1], Н.А. Артемов[1], Т.Г. Дмитриева[1],

[1]ОАО «Системы для Микроскопии и Анализа», 143025, г. Москва, д. Сколково, ул. Новая д.100, БЦ «Урал»

Цифровое моделирование керна является новым и перспективным направлением исследований пород-коллекторов. Данный подход позволяет изучить фильтрационно-емкостные свойства (ФЕС) различных типов пород, смоделировать течение флюида в образце, изучить электрические и механические свойства породы.

Существует ряд «проблемных» типов коллекторов, применительно к которым цифровое моделирование керна является единственно возможным способом оценки внутреннего строения и ФЕС породы. Так, к такому типу пород относятся неконсолидированные коллектора, где практически отсутствует возможность проведения лабораторных исследований и хранения образцов керна.

Целью настоящей работы являлось моделирование ФЕС с помощью цифровых моделей, полученных по результатам рентгеновской компьютерной микротомографии высокого разрешения, и сравнение полученных результатов с данными физического эксперимента.

В качестве образца был выбран стандартный 30-мм образец традиционного терригенного коллектора (песчаника).

Рентгеновская микротомография позволяет получить достоверную трехмерную модель исследуемого образца. Метод состоит в съемке некоторого количество (обычно до 3600) последовательных проекций внутреннего объема образца от точечного источника рентгеновского излучения при дискретном повороте образца от 0 до 360 градусов с дальнейшей обработкой полученных теневых проекций для трехмерной реконструкции объема образца. Данный метод позволяет получить трехмерное распределение плотности внутри сканируемого объема с абсолютным разрешением до 1 мкм; таким образом визуализируются внутренние неоднородности, полости и трещины.

На полученном наборе изображений с помощью специализированного ПО была проведена сегментация структуры образца по 3 типам: матрица породы, пустотное пространство и высокоплотные включения. Каждая из указанных структур представляет собой серию бинарных изображений. В результате была получена модель пустотного пространства образца.

Для моделирования фильтрации флюида через модель пустотного пространства терригенного коллектора использовался специализированный блок ПО Avizo Fire Xlab Hydro. При моделировании течения флюида через образец учитывались такие параметры как общая и открытая пористость, связанность пор, эквивалентные диаметры пор и поровых каналов, проницаемость образца, динамическая вязкость флюида и др.

Полученные численные результаты сравнивались с результатами физических экспериментов.

По результатам работы были смоделированы ФЕС образца, рассчитаны значения пористости и проницаемости, проведено моделирование течения флюида через образец. Сравнение расчетных данных с данными физических экспериментов показало хорошую сходимость между компьютерным моделирование и традиционными методами исследования терригенных пород-коллекторов.

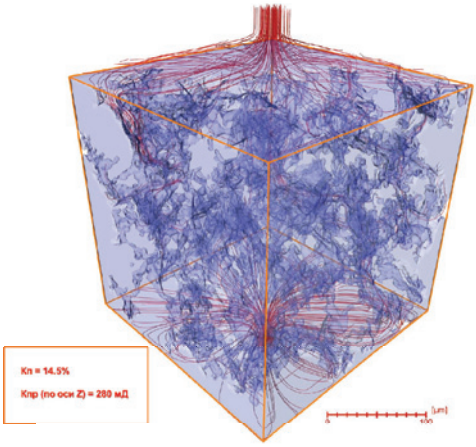


Рис. 1. Визуализация смоделированного течения флюида через трехмерную модель терригенного коллектора.

Список использованных источников:

1. *B.P. Muljadi, , M.J. Blunt, A.Q. Raeini, B. Bijeljic*, “The impact of porous media heterogeneity on non-Darcy flow behaviour from pore-scale simulation”, Advances in Water Resources, in press, (2015)

2. *Gerhard Zacher, Matthias Halisch, Peter Westenberger, Samaresh Changdar*, Qualitative and quantitative investigation of microstructures within porous rocks by using very high resolution x-ray micro-CT imaging, 10th Biennial International Conference & Exposition, Kochi 2013

Рентгеновская микроскопия в анализе отказов изделий Микроэлектроники

В.П. Загвоздин[1], Т.Г. Дмитриева[1], А.Ю. Рашковский[1], П.Р. Казанский[1]

1 ОАО «Системы для Микроскопии и Анализа», 143025, г. Москва, д. Сколково, ул. Новая д.100, БЦ «Урал»

Миниатюризация микроэлектронных компонент и повышение плотности их монтажа в интегральные микросхемы диктует применение ультрасовременных методов неразрушающей диагностики причин отказов и неисправностей.

Рентгеновская микроскопия с компьютерной томографией давно и успешно применяется для неразрушающего контроля качества изделий металлургической, электронной, биоинженерной и геологической отраслей, как наиболее мощный инструмент 3D визуализации.

При производстве изделий микроэлектронной техники достаточно часто возникают дефекты, как в самих электронных компонентах, так и в их соединениях – микропайках, контактных площадках, межслоевых соединениях и т.д. Возникновение же паразитной проводимости и проводимости при приложении внешнего давления вследствие наличия включений либо непропаянных зон являются практически не обнаружимыми видами дефектов с помощью традиционных методов контроля. Такие локальные участки повышенного электро- и теплосопротивления зачастую являются причинами преждевременного выхода из строя дорогостоящих и высокотехнологичных изделий микроэлектроники.

В докладе демонстрируются примеры применения метода 3D микроскопии, реализованного на рентгеновском микротомографе Xradia Versa XRM-500 для исследования причин появления несовершенств структуры изделий микроэлектронной техники. Рассматриваются такие изделия микроэлектронной техники, как многослойные печатные платы, корпусированные микросборки, интегральные микросхемы с топологической нормой до 1-2 мкм, SMD компоненты (резисторы, конденсаторы, светодиоды). При этом показаны возможности применения рентгеновской микроскопии, как на этапе создания прототипа, так и при возникновении отказов в готовых изделиях.

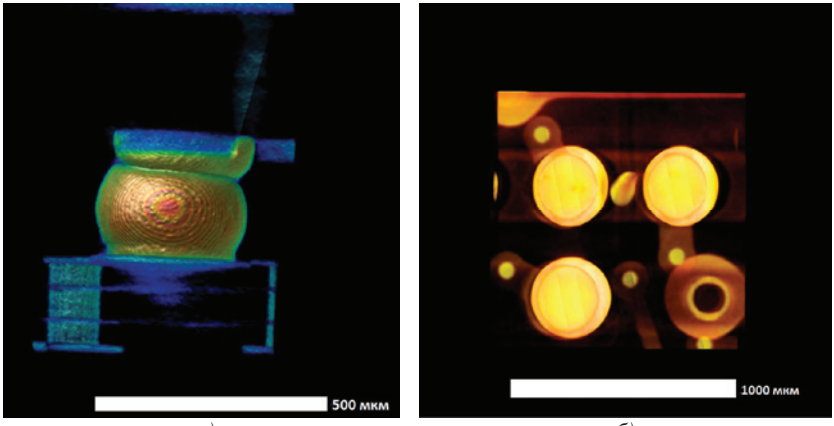
В работе решались следующие задачи:

- разработка режимов визуализации крупногабаритных изделий микроэлектронной техники без их разрушения;
- локализация дефектов внутреннего строения интегральных микросхем от миллиметровых до субмикронных масштабов;
- построение 3D моделей и проверка чертежей интегральных микросхем и их отдельных компонентов.

Также в работе показаны примеры применения фазового контраста при исследованиях методом рентгеновской микротомографии высокого разрешения (HRXRM) для выявления участков микроконтактов макетных микросхем с отсутствующими областями проводимости с размерами менее 1 мкм.

На основе проведенных исследований в докладе приводится обобщение возможных причин возникновения повышенного сопротивления и потери проводимости паяных соединений, таких как поры, трещины, включения, дефекты пайки, разрывы соединений, и т.п.

Предложенный подход позволяет визуализировать внутреннюю структуру изделий микроэлектроники без их разрушения. Высокая разрешающая способность рентгеновского 3D-микроскопа дает возможность проводить анализ отказов и обнаруживать различные типы дефектов, в том числе на крупногабаритных и корпусированных изделиях.



а) *б)*

Рис. 1. Причины отказа микросхем, выявленные методом рентгеновской микротомографии на установке Xradia Versa XRM 500. а) – дефект «Head on a Pillow» - холодный непропай шарика BGA, вызывающий потерю электрического соединения при снятии внешнего давления. б) – наличие постороннего включения между шариками BGA, приводящее к возникновению паразитной межконтактной проводимости.

Список использованных источников:
1. *Lall, P., and J. Wei*, X-Ray Micro- CT and Digital- Volume Correlation Based Three-Dimensional Measurements of Deformation and Strain in Operational Electronics, Proceedings of the 65th ECTC, San Diego, CA, pp. 406-416, May 26-29, 2015
2. *Lall, P., Deshpande, S., Wei, J., Suhling*, J., Non-Destructive Crack and Defect Detection in SAC Solder Interconnects Using Cross-Sectioning and X-Ray Micro-CT, Electronic Components and Technology Conference, 64th ECTC, pp. 1449-1456, Orlando, FL, May 27-30, 2014.

Количественный рентгеноспектральный микроанализ жаропрочных сплавов на основе вольфрама

Д.С. Киселев, В.П. Смирнов, А.А. Ястребков, А.А. Урусов

Федеральное государственное унитарное предприятие «Научно-исследовательский институт Научно-производственное объединение «ЛУЧ», г. Подольск, Московская обл., Россия

Реализация современных научно-технических задач и усложнение условий работы современной техники вызывают потребность в создании новых конструкционных материалов, способных работать при высоких температурах до 2000°С, механических нагрузках в контакте с агрессивной средой, обеспечивая при этом высокие выходные параметры, к.п.д. и надёжность. [1].

Ярким примером таких материалов является разрабатываемые в настоящее время в ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ» биметаллические трубчатые изделия с жаропрочной основой из монокристаллических W-Nb сплавов и эффективным эмиссионным покрытием из W, получаемые методом химических транспортных реакций в системах W-Nb-Cl и W-Cl соответственно [2]. Использование такого материала обусловлено преимуществами монокристаллических жаропрочных сплавов по сравнению с традиционными тугоплавкими поликристаллическими металлами [1]. При содержании ниобия порядка 2% масс. при рабочей температуре 1700°С происходит увеличение характеристики кратковременной прочности и наиболее интенсивно снижается скорость установившейся ползучести монокристаллического сплава по сравнению с нелегированным монокристаллическим вольфрамом. Содержание Nb в упрочняющей основе трубчатого изделия чётко регламентировано и должно составлять порядка 1% масс., отклонение от нормы которого, равно как и неравномерность его распределения, значительно снижают прочностные свойства сплава. Очевидна необходимость в контроле содержания и характера распределения Nb в упрочняющей основе трубчатых изделий для их аттестации на соответствие требованиям технической документации.

Использование локального количественного рентгеноспектрального микроанализа на сканирующем электронном микроскопе является наиболее оптимальным решением для аттестации оболочечных изделий из монокристаллических W-Nb сплавов и мониторинга за состоянием газофазной технологии их получения и оценки необходимости её корректировки [3].

Доклад посвящён теоретическому обоснованию и практической разработке оптимального режима количественного рентгеноспектрального микроанализа с использованием сканирующего электронного микроскопа,

обеспечивающий наименьший предел обнаружения Nb в W-Nb сплавах при высокой локальности и экспрессности анализа.

В докладе рассмотрены спектрометры с волновой и энергетической дисперсией, характеристики кристаллов-анализаторов, выдвинуты требования для пробоподготовки образцов. Произведено сравнение детекторов, показавшее, что наиболее подходящим при исследовании W-Nb системы является использование волнодисперсионного спектрометра при работе на PET кристалле.

Обширные статистические исследования показали, что для упрочняющей W-Nb основы трубчатых изделий наиболее оптимальным режимом количественного рентгеноспектрального микроанализа с использованием сканирующего электронного микроскопа является ток зонда на образце 50 нА, ускоряющее напряжение 7 кэВ, время счета пика и фона по 10 с. При реализации этого режима количественного рентгеноспектрального микроанализа применительно к исследуемым монокристаллическим W-Nb сплавам нижний предел обнаружения Nb в соответствии с различными оценками составляет по меньшей мере 0,2% масс. при доверительной вероятности 0,95.

1. *А.А. Ястребков, Ю.В. Николаев, В.А. Репий, В.П. Смирнов, Н.Г. Афанасьев. Цветные металлы,* 2007, 11, 6-9.

2. *Д.С. Киселев, В.П. Смирнов. Неорганические материалы,* 2012, 48, 11, 1223-1226.

3. *S.J.B. Reed, I.M. Romanenko. Electron Probe Microanalysis. Advanced Mineralogy,* 1995, 2, 240-246.

Влияние поверхностного нанорельефа на показатели точности рентгеновского микроанализа

А.Ю. Кузин[1], В.Б. Митюхляев[1], А.А. Михуткин[2], П.А. Тодуа[1], М.Н. Филиппов[1,3], А.Л. Васильев[2,4]

1 ОАО «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума», 119421, г. Москва, ул. Новаторов 40, корп.1
2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва
3 Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, 119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 31
4 Институт кристаллографии РАН, г. Москва

В стандартных программах автоматизированной обработки данных рентгеновского микроанализа (РМА), использующих принципы ZAF-коррекции, предполагается что поверхность образца идеально полирована. Наличие на его поверхности выраженного рельефа приводит к существенным неконтролируемым погрешностям определения элементного состава, вплоть до 100%.

Возникновение систематических погрешностей из-за наличия рельефа на поверхности образца связано с несколькими различными процессами. Первый механизм изменения аналитического сигнала связан с тем, что рассеяние электронов зонда на рельефной структуре происходит иначе, чем в случае образца с плоской поверхностью, изменяется функция распределения плотности генерации по глубине. Второй механизм связан с существенными изменениями в процессе поглощения из-за геометрического фактора, причем данный механизм является доминирующим.

Наиболее распространенным подходом решения проблемы поверхностного рельефа в рентгеновском микроанализе является так называемый метод отношения сигнала к фону, измеренному в той же области энергий, что и аналитическая линия [1]. Основная идея этого подхода состоит в том, что области генерации тормозного излучения близкой длины волны к положению аналитической линии также являются близкими, а условия выхода излучения и его детектирования практически идентичны. Тогда можно выразить k-отношение, измеренное на рельефном образце через экспериментально определяемые значения фона на рельефном и гладком образце и интенсивности сигнала с рельефного образца, параметры гладкого образца могут быть также расчетными. Затем, полученное «исправленное» k-отношение можно обрабатывать обычной программой коррекции. Погрешности, обусловленные наличием рельефа, снижаются, но не компенсируются полностью.

В основе нового подхода, предлагаемого в данной работе, лежит утверждение, что при наличии разницы в коэффициентах поглощения линий характеристического рентгеновского излучения компонентов образца возникает неоднородное поглощение на поверхностном рельефе, вызывая систематическую погрешность измерений методом рентгеноспектрального микроанализа. Для калибровки данного эффекта необходимо использовать тестовый образец с известными параметрами поверхностного рельефа (средней высотой рельефа) и известным составом, удовлетворяющим требованию различия коэффициентов ослабления рентгеновского излучения компонентами образца.

Для произвольного бинарного соединения AB для оценивания систематических погрешностей, обусловленных рельефом, предлагается использовать эмпирическое соотношение:

$$\Delta = \gamma H \rho_{AB} (c_A \mu_A^{AB} - c_B \mu_B^{AB})$$

где γ – эмпирический параметр, определяемый экспериментально на тест-объекте с известной средней высотой рельефа , *H*–средняя высота рельефа в области анализа; ρ_{AB} – плотность бинарного соединения AB; c_A, c_B –атомные доли элементов A и B в соединении AB соответственно, μ_A^{AB}, μ_B^{AB} - массовые коэффициенты ослабления линий элементов A и B в соединении AB соответсвенно.

В работе приводятся данные определения погрешности измерений состава соединения GaAs методом РМА для образца монокристаллического GaAs с искусственно созданным поверхностным рельефом.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-20120 годы» (соглашение №14.576.21.0027, уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) RFMEFI57614X0027).

1. *J.A.Small, K.F.J.Heinrich, D.E.Newbury, R.L.Myklebust.* Scanning Electron Microscopy, 1979, 2, 807-816.

Влияние микроструктуры на оптические свойства бериллиевых преломляющих линз в режиме когерентной рентгеновской микроскопии

И. Лятун[1], П. Ершов[1], А. Гойхман[1], И. Снигирева[2], А. Снигирев[1]

1 Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия;
2 Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция

Сегодня кремний нашел широкое применение на источниках третьего поколения в виде рентгенооптических элементов, таких как: рентгеновские зеркала, монохроматоры, преломляющие линзы, зонные пластинки, анализаторы, спектрометры и другое. Новые источники синхротронного излучения (СИ) обладающие высокой степенью пространственной когерентности и яркости нуждаются в оптических элементах ультравысокого качества способных сохранять когерентные свойства излучения.

Составные преломляющие линзы (CRL) быстро завоевали популярность среди пользователей СИ, благодаря широкому рабочему энергетическому диапазону (5÷100 кэВ) и простоты использования. Сегодня разрешение рентгеновского микроскопа на базе бериллиевых CRL составляет 100 нм [1-2]. Однако несовершенство формы профиля и шероховатость поверхности преломляющей линзы не позволяют достичь предельного разрешения для данного вида оптики. Кроме того, материалы, которые используются при производстве CRL (Be, Al и Ni) имеют внутреннюю микроструктуру, которая неизбежно влияет на оптические свойства линз [3].

Оптические свойства бериллиевых CRL были исследованы на станции ID06 в Европейском Центре Синхротронных Исследований (ESRF, Франция) в режиме рентгеновской микроскопии (рис. 1) и малоуглового рассеяния. Эксперименты по исследованию влияния микроструктуры проводились с использованием двух наборов преломляющих линз, изготовленных из марок бериллия - O-30-H и IS-50M (Materion), обладающих разной микроструктурой (рис. 2а). Содержащийся в бериллии оксид расположен преимущественно по границам зерен Be, что приводит к сильному рассеянию с формированием спекл структуры в режиме когерентной рентгеновской микроскопии, что хорошо видно на экспериментальных изображениях сетки (рис. 2б). Это приводит к ухудшению качества изображения и уменьшению чувствительности рентгеновского микроскопа к фазовым объектам.

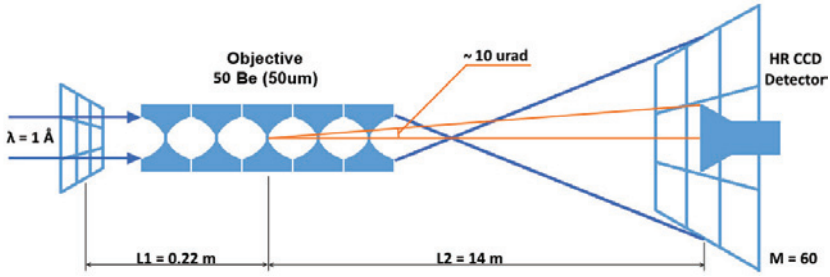
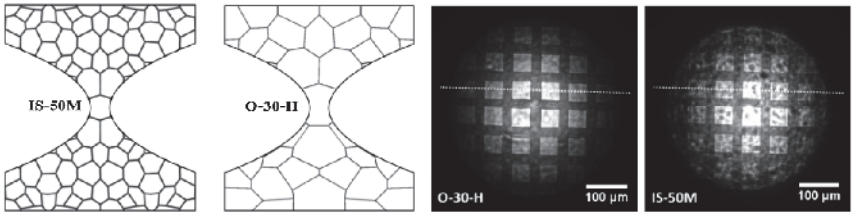


Рис. 1. Экспериментальная схема рентгеновской микроскопии на базе преломляющих линз.



а) *б)*

Рис. 2а) Модель внутренней микроструктуры преломляющих линз, изготовленных из бериллия марок IS-50M и O-30-H.
Рис. 2б) Изображения сетки, полученные в режиме рентгеновской микроскопии с использованием двух наборов бериллиевых CRL.

В данной работе представлены результаты влияния микроструктуры бериллия на оптические свойства рентгеновских преломляющих линз в режиме когерентной рентгеновской микроскопии, а также микро- и нанопроба. На основании полученных экспериментальных данных в соответствии с предложенной моделью формирования спекл структуры даны рекомендации по использованию разных марок бериллия для различных рентгенооптических приложений. Развитие рентгеновской оптики позволит не только улучшить качество материала и технологии его обработки, но и использовать весь потенциал источников рентгеновского излучения.

Список литературы

1. *A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva, B. Lengeler*, Nature 384 (1996) 49-51.
2. *A. Snigirev, I. Snigireva,* “Hard X-ray Microoptics”, Springer Series in Optical Sciences 137 (2008) 255-285.
3. *I.I. Lyatun, A.Yu. Goikhman, P.A. Ershov, I.I. Snigireva, A.A. Snigirev,* Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 9 (3) (2015) 446–450.

Композиты из наносцинтилляторов и органических люминофоров для рентгеновской микроскопики процессов деформации и разрушения непрозрачных материалов

А.П. Покидов, Н.В. Классен

Институт Физики Твердого Тела РАН, Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432, Россия

В композиционных сцинтилляторах на основе органических люминофоров (активированный полистирол) и неорганических сцинтилляторов (сульфат цезия, фторид лютеция) были обнаружены существенное возрастание радиационной прочности, многократное ускорение кинетики высвечивания с сохранением интегрального световыхода и доведение пространственного разрешения рентгеновских изображений до микронных масштабов. Теоретические расчеты показывают, что использование нанокристаллических тяжелых частиц как поглотителей рентгеновского излучения многократно сжимает размеры возбужденных областей высвечивания. Благодаря этому в дополнение к наносекундному временному разрешению и достигается микронное пространственное разрешение.

Столь значительные улучшения технических характеристик радиационных детекторов объясняются существенным увеличением рентгеновского поглощения люминофорами при введении тяжелых наночастиц, прочным связыванием органических молекул с этими наночастицами и сверхбыстрой передачей электронных возбуждений от наночастиц, поглощающих рентгеновские кванты, органическим люминофорам. Технология формирования композиционных сцинтилляторов указанного типа не требует вакуумной откачки, высоких температур или давлений и поэтому на этой основе могут быть изготовлены рентгеновские детекторы неограниченных поперечных размеров.

Сочетание перечисленных выше характеристик сцинтилляционного нанокомпозита дает возможность сформировать широкоапертурный рентгеновский детектор с микронным пространственным и наносекундным временным разрешением с большими поперечными размерами. С помощью этого рентгеновского детектора можно создать сканирующий рентгеновский микроскоп, дающий возможность получать объемные изображения внутренних областей исследуемых материалов в режиме реального времени с высоким пространственным разрешением. Таким образом, мы получим новый метод исследований механизмов разрушения металлов и других конструкционных непрозрачных материалов с возможностью наблюдать за процессом разрушения «in situ», что позволит выявлять более тонкие детали механизмов разрушений и деформации. Если же использовать линзовую

рентгеновскую оптику [1], то в сочетании с нашими детекторами можно регистрировать мгновенные рентгеновские микроизображения внутренней структуры деформируемых материалов с наблюдением in situ кинетики ее изменения и последующего разрушения.

1. A. Bosak (a), I. Snigireva (a), K. Napolskii (b), A. Snigirev (a), High Resolution Transmission X-ray Microscopy: A New Tool for Mesoscopic Materials, Adv. Mater. 22, 3256-3259 (2010).

Математические модели в количественных рентгеновских методах анализа и микроанализа веществ

А.В. Романов[1, 2], М.А. Степович[1], М.Н. Филиппов[3]

1 Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, ул. Степана Разина, д. 26, г. Калуга, Россия
2 МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1, г. Москва, Россия
3 Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, г. Москва, Россия

Рентгеновские методы анализа, в частности рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) и рентгенофлуоресцентный микроанализ (РФМА), обладают существенными преимуществами по сравнению со многими методами инструментального анализа. Это возможность анализа твердых проб, для РФА диапазон определяемых содержаний от 1 ppm до 100%, диапазон определяемых элементов от бора до трансурановых элементов, относительное стандартное отклонение результатов анализа от 0,1 до 0,001. При этом имеются существенные ограничения, так, для РФА указанные высокие метрологические характеристики достижимы при наличии адекватных (т.е. близких по химическому составу и физико-химическим характеристикам) образцов сравнения. Проба должна быть однородной в области возбуждения аналитического сигнала. Существенные трудности возникают при количественном РФА объектов, содержащих значительную долю легких элементов (оксиды, силикаты). Одним из принципиальных преимуществ РФА и РФМА является наличие строгих закономерностей в рентгеновских спектрах, позволяющих раздельно регистрировать линии элементов, принадлежащих к одной серии, но из-за наличия нескольких спектральных серий мы часто сталкиваемся с наложениями, которые существенно ухудшают характеристики анализа. В последние десятилетие развитие рентгеновских методов анализа в значительной мере диктуется предлагаемым парком оборудования, которое, часто в автоматическом режиме, реализует стандартные подходы. При этом в методическом обеспечении оборудования реализованы достаточно устаревшие подходы. Это существенным образом сдерживает прогресс в рентгеновских методах анализа, ограничивает его область применимости.

Вторичный спектр рентгеновского излучения при полихроматическом возбуждении включает в себя пики когерентного и некогерентного (комптоновского) рассеяния линий характеристического рентгеновского излучения анода трубки. Форма и амплитуда этих пиков зависят от усредненных физико-химических характеристик пробы — среднего атомного номера вещества, средней плотности (см., например, [1]). Существенным является

то, что зависимости сечений этих процессов от среднего атомного номера пробы различны, т.е. пропорциональны различным степеням среднего атомного номера, при этом остальные характеристики пробы входят в оба сечения примерно одинаковым или близким образом.

В настоящей работе рассматривается построение математических моделей, описывающих формирование дополнительных сигналов в аналитическом спектре, которые позволят однозначно связать интенсивности когерентного и некогерентного рассеяний в пробе и образце сравнения (ОС) с коэффициентом ослабления аналитической линии в образце [2]. Таким образом, регистрация дополнительного опорного сигнала — отношения интенсивностей пиков когерентного и некогерентного рассеяния характеристического излучения материала анода рентгеновской трубки позволит экспериментально измерить массовый коэффициент ослабления интенсивности аналитической линии в пробе с матрицей неизвестного состава.

В работе предлагается подход, основанный на использовании математических моделей процессов формирования аналитического сигнала в РФА [3] и РФМА, который позволит подобрать и использовать в ОС вместо определяемого элемента другой элемент. При этом длина волны его яркой линии, соответствующей спектральной серии, будет близка с длиной волны аналитической линии определяемого элемента, а поглощение и рассеяние этого излучения при распространении его внутри пробы и основные вторичные процессы будут полностью аналогичны. Развитие этого подхода позволит сократить число различных ОС, используемых для построения градуировочных характеристик, а так же способно существенно расширить возможности методов и улучшить их метрологические характеристики.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (базовая часть государственного задания, задание № 340/2015, проект № 1416), Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-03-00515), а также РФФИ и правительства Калужской области (проекты № 14-42-03062 и № 16-43-400231).

1. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, Е.В. Широкова, М.Н. Филиппов.* Перспективные материалы, 2014, 2, 77-82.

2. *А.В. Романов, М.А. Степович, М.Н. Филиппов.* Прикладная физика, 2014, 6, 16-19.

3. *А.В. Романов, М.А. Степович, М.Н. Филиппов.* Успехи прикладной физики, 2013, 1, 554-558.

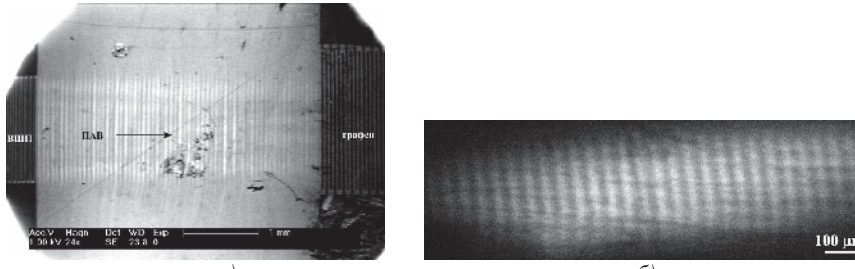
Визуализация процесса распространения поверхностных акустических волн методами электронной и рентгеновской микроскопии

Д.В. Рощупкин

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Развитие современной акустоэлектроники, мобильной связи, телекоммуникационных и датчиковых систем требует поиска новых перспективных материалов и методов исследования процессов распространения акустических волновых полей в твердых телах. В докладе рассмотрены возможности использования методов электронной [1] и рентгеновской микроскопии [2] для исследования процессов распространения объемных (ОАВ), поверхностных (ПАВ) и псевдоповерхностных акустических волн (ППАВ).

Метод сканирующей электронной микроскопии позволяет визуализировать акустические волновые поля только в пьезоэлектрических кристаллах в режиме регистрации низкоэнергетичных вторичных электронов, чувствительных к потенциалу минимумов и максимумов акустической волны (рис. 1а). В последнее время появилась возможность визуализации ПАВ и методом наведенного тока, так заряды на поверхности кристаллов перераспределяются между минимумами и максимумами акустической волны. Использование метода сканирующей электронной микроскопии позволяет визуализировать дифракционные явления в акустических пучках, исследовать процесс взаимодействия ПАВ с дефектами кристаллической структуры, измерять длины волн и углы сноса потока акустической энергии.



а) *б)*

Рис. 1. Изображение ПАВ: а) РЭМ, ПАВ в перспективном солнечном элементе с акустостимулированным транспортом носителей заряда, YZ-срез кристалла $LiNbO_3$, Λ=60 мкм, f=58.13 МГц; б) рентгеновская микроскопия, ПАВ в Y-срезе кристалла $La_3Ga_5SiO_{14}$, *f*=46.373 МГц, Λ=60 мкм.

В отличие от метода сканирующей электронной микроскопии рентгеновские дифракционные методы позволяют визуализировать акустические волны не только в пьезоэлектрических материалах, но и в не пьезоэлектрических кристаллах. Использование источников синхротронного излучения третьего поколения с пространственно-временной когерентностью рентгеновского излучения позволяет использовать методы стробоскопической рентгеновской топографии и эффекта Тальбота. Последний эффект позволяет на расстоянии Тальбота $Z_T=2\Lambda^2/\lambda$, определяемом длинной волны излучения λ и периодом исследуемой структуры Λ (длина волны ПАВ), восстановить в когерентном рентгеновском излучении изображение строго периодической структуры. Эффект Тальбота позволяет визуализировать акустические волны во всем частотном диапазоне. Например, на рис. 1б представлено изображение ПАВ с длиной волны Λ=60 мкм в Y-срезе кристалла $La_3Ga_5SiO_{14}$ (резонансная частота возбуждения ПАВ f=46.373 МГц).

В отличие от метода сканирующей электронной микроскопии методы рентгеновской микроскопии позволяют определять и амплитуды акустических волн.

1. *D.V. Roshchupkin, M. Brunel*, IEEE Transaction on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, (1994), 41(4), 512-517.

2. *Dmitry Roshchupkin, Luc Ortega, Anatolii Snigirev, Iraida Snigireva*, Appl. Phys. Lett., (2013), 103, 154101(3).,

Исследование и inline-контроль параметров тонкопленочных структур микро- и наноэлектроники на основе комплекса методов, реализованных на базе двухволновой рентгенооптической схемы измерений

Д.И. Смирнов[1,2], Н.Н. Герасименко[1,2]

1 Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», 124498, Москва, Зеленоград, Россия
2 Физический институт им. П.Н.Лебедева Российской академии наук, 119991 Москва, Россия

Для развития и широкого распространения рентгеновских методов анализа для inline-контроля параметров тонкопленочных структур микро- и наноэлектронной технологии необходимо последовательное решение не только конструкторских, но и ряда физических задач [1]. Традиционные оптические и зондовые методы в некоторых случаях не позволяют получить однозначный результат при исследовании наноматериалов и структур. Кроме того, для практического применения важно создание комплекса на базе одной измерительной платформы.

В докладе обсуждается разработанный комплекс методов для двухволнового многофункционального рефлектометра [2]. Использование запатентованной двухволновой рентгенооптической схемы обеспечивает параллельные измерения на двух длинах волн одновременно. Данная схема предназначена для работы с низкофоновым маломощным острофокусным рентгеновским источником с проекцией фокуса 20 мкм (опция 10 мкм), что обеспечивает высокую радиационную безопасность, низкую зашумленность экспериментальных данных при малых углах рассеяния. Получают развитие многоканальные микрофокусные источники, позволяющие организовывать несколько измерительных станций вокруг одного прибора.

Реализован режим относительных измерений путем измерения отношения сигналов на двух и более выбранных спектральных линиях. Для практического применения предлагаются методы рентгеновской рефрактометрии и относительной рефлектометрии.

Разработанный комплекс организации измерений многослойных тонкопленочных наноструктур заключается в том, чтобы обеспечить получение однозначных и достоверных результатов исследования за счет использования взаимодополняющих методов исследования, базирующихся на различных физических принципах и позволяющих разрешить возникающие неоднозначности при решении обратных задач рентгеновских методов исследования.

Метод рентгеновской рефлектометрии считается стандартным для анализа размерных параметров многослойных тонкопленочных структур, однако исследование только зеркальной составляющей рентгеновского отражения не позволяет разделить вклад в рефлектограмме от градиента плотности материала слоев и от шероховатостей и неоднородностей границ раздела. В связи с этим наряду с методом относительной рефлектометрии в комплекс методов были включены рентгеновская рефрактометрия и диффузное рассеяние рентгеновского излучения.

Использование острофокусного источника позволяет провести исследование рефракции рентгеновского излучения в тонкопленочных структурах и напрямую рассчитать показатель преломления рентгеновского излучения и, следовательно, получить информацию о распределении плотности материала в исследуемой структуре. Для уточнения параметров шероховатостей границ раздела используется метод диффузного рассеяния рентгеновского излучения. При использовании двухволновой рентгенооптической схемы при переходе в обратное пространство в рамках одного измерения измеряются одновременно две различных области диффузного рассеяния.

Отдельные преимущества метод двухволновой рентгеновской рефлектометрии предъявляет для исследования слабовозмущенных (по плотности) слоистых структур, в частности полученных ионной имплантацией. Вместо экспоненциально ниспадающей стандартной кривой рефлектометрии относительная рефлектограмма представляет собой удобную для математической обработки слабоизменяющаяся функцию с выраженными экстремумами в области критических углов полного внешнего отражения, для которой можно наблюдать радикальное проявления контраста интенсивности полезного сигнала.

Особое внимание уделено корректности решения обратных задач. Проводится регуляризация экспериментальных данных, для поиска глобального экстремума функционала невязки при подгонке теоретической и экспериментальных кривых используются стохастические алгоритмы. Для минимизации времени выполнения обработки экспериментальных данных нами использованы возможности параллельной обработки данных на графических процессорах.

[1] *Benediktovitch A., Feranchuk I., Ulyanenkov A.* Theoretical Concepts of X-Ray Nanoscale Analysis. – Springer, 2014. – 318 p.

[2] *Герасименко Н.Н., Рыгалин Б.Н., Смирнов Д.И., Турьянский А.Г.* Рентгеновские методы исследования наноструктур и нанообъектов электроники // Нанотехнологии в электронике. Вып. 2 / Под ред. Ю. А. Чаплыгина. – М.: Техносфера, 2013. – 688 с. : Гл. 6. – С. 227–264.

О задаче формирования ошибки в методе компьютерной томографии

М.В. Чукалина[1,2], Д.П. Николаев[3], А.В. Бузмаков[2]

1 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
2 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия
3 Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича РАН, г. Москва, Россия

Применение методов компьютерной томографии (КТ) в промышленности (диагностика изделий, формируемых методами микроэлектроники и 3D печати, подготовка шаблонов для 3D печати и др.) или в медицине (диагностика, лечение, наблюдение динамики поведения имплантов и др.) диктует необходимость создания методов количественной оценки результатов реконструкции. Для случаев, когда методом КТ планируется проводить исследование объектов, для которых существует эталон (например, определять отклонение размеров внутренних или внешних областей от размеров эталона) и другими методами были также проведены метрологические измерения на эталоне [1], то оценку результатов реконструкции можно построить, сравнив их с результатами метрологических измерений. Такой подход, однако, трудно реализуем в медицинских исследованиях.

Для расчета погрешности при оценке восстановленных значений в методе КТ, мы проанализировали все этапы формирования томографического изображения. Источники ошибок удалось сгруппировать следующим образом: проведение измерений (1), реконструкция с учетом численной реализации методов реконструкции (2) и интерпретация получаемых изображений(3). Первый этап включает ошибки физической калибровки измерительной аппаратуры, оценку геометрических параметров схемы измерений и анализ погрешностей, вносимых используемой аппаратурой. На втором этапе создается математическая модель формирования физической проекции. Своими специфическими ошибками обладают применяемые методы оптимизации и регуляризации и, собственно, численная реализация выбранного метода реконструкции. Заключительный этап включает визуализацию и собственно проведение измерений параметров (линейных расстояний, кривизны и пр.) на восстановленном изображении.

Для оценки степени уверенности в результатах реконструкции впервые предложено рассчитывать карту чувствительности (устойчивости) метода для конкретного объекта [2]. Предложены алгоритмы расчета такой карты для трансмиссионых и трансмиссионно-эмиссионных методов В докладе

обсуждаются результаты, полученные для разных подходов построения финальных изображений на базе рассчитанных карт.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 16-32-00498 мол_а).

Networking support was provided by the EXTREMA COST Action MP1207.

1. *L. De Chiffre, S. Carmignato, J.-P. Kruth, R. Schmitt, A. Weckenmann*. CIRP Annals, (2014), 63(2), 655-677.

2. *D. Nikolaev, M. Chukalina*. Proc. SPIE 9445, Seventh International Conference on Machine Vision (ICMV 2014), 94451M (February 12, 2015); doi: 10.1117/12.2181634.

Секция 8.
Электронная и ионная литография

Применение фокусированных ионных пучков для формирования элементов автоэмиссионной наноэлектроники

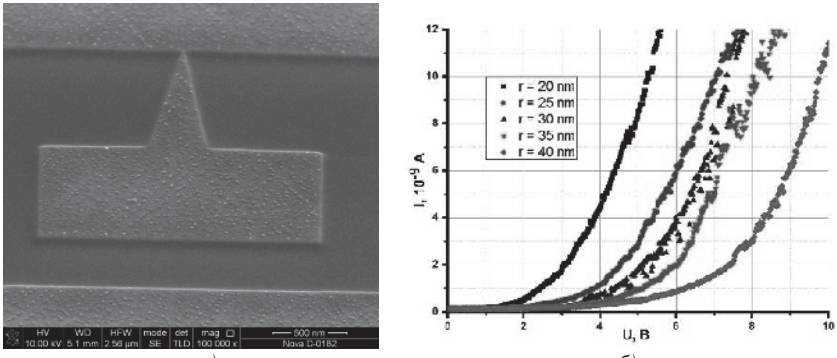
О.А. Агеев[1], А.С. Коломийцев[1], А.М. Светличный[1], И.Л. Житяев[1], С.А. Лисицын[1]

1 Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета, 347928, г. Таганрог, ул. Шевченко 2, корп. Е, Россия

На сегодняшний день одним из перспективных направлений развития электроники с точки зрения достижения высоких показателей помехозащищенности и быстродействия является вакуумная наноэлектроника. Использованием при создании элементов вакуумной наноэлектроники подложек карбида кремния с пленками графена на поверхности позволяет использовать высокую подвижность носителей заряда, проводимость, теплопроводность, радиационную и термическую стойкость в качестве конкурентных преимуществ при производстве элементов автоэмиссионной наноэлектроники [1]. Целью настоящего исследования является исследование и разработка конструктивно-технологических решений формирования элементов автоэмиссионной наноэлектроники на основе пленок графена на поверхности карбида кремния методом фокусированных ионных пучков (ФИП) [2].

Экспериментальная часть работы выполнялась с использованием растрового электронного микроскопа с системой ФИП Nova NanoLab 600 (FEI Company). Пленки графена на поверхности карбида кремния формировались методом термической деструкции в вакууме при температуре до 1250°С. При разработке конструкции элемента автоэмиссионной наноэлектроники была выбрана планарная компоновка катода и анода, при которой после формирования графена травлением ионами галлия методом ФИП по шаблону формируются тонкопленочные структуры графеновых электродов. Преимуществом такого способа формирования структур является минимизация влияния имплантированного галлия на электрические параметры формируемых наноструктур. Шаблон для ионно-лучевого травления формировался при помощи встроенных средств проектирования программы управления Nova NanoLab 600. Травление по шаблону производилось при ускоряющем напряжении ФИП – 30 кэВ, токе ионного пучка 10 пА, времени воздействия ионного пучка в точке – 500 нс. Общее время формирования 1 автоэмиссионной структуры составило около 4 мин. Были сформированы 5 структур с радиусами закругления острия эмиттера 20, 25, 30, 35 и 40 нм. РЭМ-изображение сформированного планарного элемента автоэмиссионной наноэлектроники представлено на рис. 1,а. После проведения ионно-лучевого травления образцы исследовались методом атомно-

силовой микроскопии в режиме отображения сопротивления растекания на зондовой нанолаборатории Ntegra Vita (ЗАО «НТ-МДТ»). Для исследования эмиссионных характеристик сформированных элементов зонд АСМ помещался на катод, а прижимной контакт – на анод, после чего проводились измерения ВАХ в диапазоне от 0 до 10 В. Полученные ВАХ представлены на рисунке 1,б.



а) *б)*

Рис. 1. РЭМ-изображение (а) и ВАХ (б) планарных элементов автоэмиссионной наноэлектроники, сформированных методом ФИП

Анализ полученных ВАХ показал, что пороговое напряжение начала эмиссии составляет от 2 до 4,5 В, что является преимуществом в сравнении с большинством современных автоэмиссионных приборов, в которых пороговое напряжение составляет десятки В. Для увеличения плотности эмиссионного тока возможно создание мультиострийных катодов по аналогичному технологическому процессу.

Работа выполнена в рамках Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых - кандидатов наук (Проект № МК-6163.2016.8).

1. *Р.В. Конакова, О.Б. Охрименко, А.М Светличный, О.А. Агеев и др.* ФТП, 2015, 49 (9), 1278-1281.

2. *О.А. Агеев, А.М. Алексеев, А.В. Внукова, А.Л. Громов, А.С. Коломийцев и др.* Российские нанотехнологии, 2014, 9 (1-2), 32-35.

Формирование микро- и наноструктур со скругленным профилем сечения с использованием нового электронно-литографического принципа, основанного на явлениях цепной деполимеризации резиста и самопроявления изображения

М.А. Брук[1], Е.Н. Жихарев[2], А.Е. Рогожин[2], Д.Р. Стрельцов[3], В.А. Кальнов[2], С.Н. Аверкин[2], А.В. Спирин[1]

1 Научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова, 105064, г. Москва, пер. Обуха, д. 3-1/12, стр. 6, Россия
2 Физико-технологический институт РАН, 117218, г. Москва, Нахимовский проспект, 36/1, Россия
3 Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, 117218, г. Москва, ул. Профсоюзная, 70, Россия

Прямое формирование микро- и наноструктур с хорошо скругленным профилем сечения представляет определенные трудности; обычно вместо этого получают ступенчатый профиль, что значительно усложняет процесс. Для решения этой проблемы авторы доклада предлагают использовать новый «сухой» метод формирования изображения непосредственно в процессе экспонирования резиста электронным лучом в вакууме (метод DEBER), предложенного М.А. Бруком и сотр. [1]. Метод основан на цепной химической реакции деполимеризации, которая протекает в некоторых позитивных резистах при их экспонировании при температуре стеклования или более высоких температурах. Образующиеся летучие продукты (мономер) удаляются в процессе откачки. В процессе экспонирования происходит самопроявление изображения. В докладе показано, что метод DEBER позволяет формировать в резисте рельефы с профилем сечения различной формы (см. **рис. 1**) непосредственно в одностадийном процессе экспонирования. Для этого метода характерна весьма высокая чувствительность (для резиста из полиметилметакрилата - ПММА - она в 100-1000 раз выше, чем в стандартной «мокрой» электронной литографии), что открывает перспективу значительного увеличения производительности и снижения стоимости электронно-литографического процесса. Для метода DEBER характерно также весьма высокое вертикальное разрешение (около 1 нм) и сравнительно невысокое латеральное разрешение (порядка 100 нм). Полученные в работе данные указывают на перспективность использования метода DEBER в некоторых областях техники, например, в оптоэлектронике и 3D-

структурировании. Для проведения процесса DEBER можно использовать обычные электронные литографы или электронные микроскопы, снабженные некоторыми дополнительными опциями.

1.*M.A. Bruk, E.N. Zhikharev, D.R. Streltsov, V.A. Kalnov, A.V. Spirin.* The new dry method of mask (relief) formation by direct electron-beam etching of resist. Microelectronic Engineering, 2013, 112, 1-4.

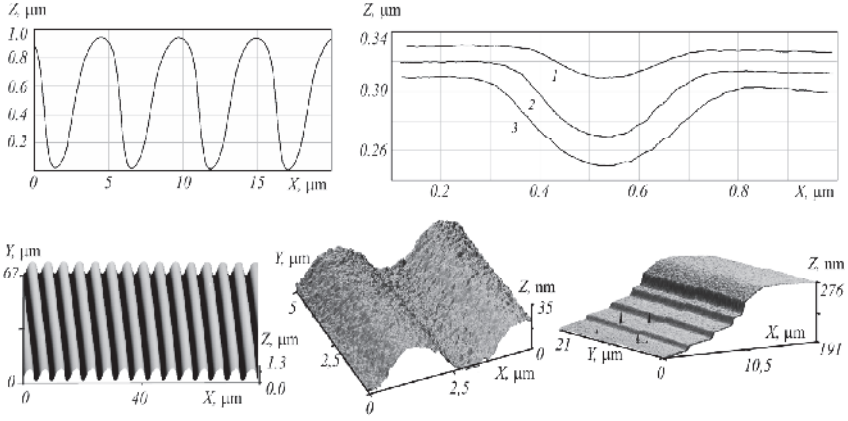


Рис.1. Некоторые структуры в ПММА, полученные методом DEBER.

Формирование доменной структуры под действием электронного и ионного пучков в монокристаллах ниобата лития, модифицированных протонным обменом

Е.О. Власов[1], Д.С. Чезганов[1,2], В.А. Квашнин[1], А.Р. Ахматханов[1,2], М.М. Нерадовский[1], Л.В. Гимадеева[1], М.А. Чувакова[1], Д.О. Аликин[1], В.Я. Шур[1,2]

1 Институт естественных наук, Уральский федеральный университет, 620000, г. Екатеринбург, Россия
2 ООО «Лабфер», 620014, г. Екатеринбург, Россия

Исследовано формирование сегнетоэлектрических доменов и создание регулярных доменных структур в результате облучения электронным и ионным пучками полярных поверхностей монокристаллов ниобата лития с поверхностным слоем, модифицированным методом мягкого протонного обмена (soft proton exchange, SPE). Генерация второй гармоники (ГВГ) продемонстрирована в канальном волноводе с регулярной доменной структурой.

Облучение полярных поверхностей производилось при помощи сканирующих электронно-ионных микроскопов (рабочие станции Auriga Crossbeam и NVision 40, Carl Zeiss), оснащенных системами электронно-ионной литографии (Elphy Multibeam и Elphy Quantum, Raith). Были использованы режимы облучения структурами, состоящими из точек и полос с различными периодами и дозами. На противоположную сторону был нанесён сплошной металлический электрод. Исследовались пластины конгруэнтного ниобата лития (LN) толщиной 0,5 мм. Процесс SPE проводился в среде бензойной кислоты с 2,9% и 3,1% концентрацией бензоата лития (БЛ) при 300 °C в течение 70 часов. Для изготовления канальных волноводов использовались маски из SiO_2 на Z^+ и Z^--полярных поверхностях. Доменная структура была визуализирована методами оптической микроскопии, сканирующей микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО), атомной силовой микроскопии, сканирующей электронной микроскопии и конфокальной микроскопии комбинационного рассеяния (КМКР).

Было установлено, что в волноводах, изготовленных с концентрацией БЛ 2,9%, формируются нанодомены. Формирование нанодоменов может быть объяснено переключением под действием пироэлектрического поля во время охлаждения и градиентом встроенного поля, возникающего за счет градиента спонтанной поляризации [1]. Данный эффект отсутствовал в образцах с концентрацией БЛ 3,1%.

Точечное облучение как ионным, так и электронным пучком, приводило к формированию несквозных круглых доменов на облучаемой поверхности. Была измерена зависимость радиуса доменов от дозы. Изотропный

рост доменов может быть обусловлен наличием нанодоменов, слияние с которыми при росте домена за счет бокового движения доменной стенки, приводит к генерации ступеней на стенке (стохастическому зародышеобразованию) [2]. Была продемонстрирована возможность создания доменов произвольной формы.

Полосовое облучение при низких дозах приводило к образованию субмикронных доменов в области облучения, концентрация которых возрастала от края к центру. Данный факт типичен для дискретного переключения, вызванного уменьшением эффективности экранирования деполяризующего поля за счёт модификации поверхностного слоя [2]. Рост доменов и их слияние приводило к образованию сплошной доменной полосы. Была измерена зависимость ширины полосового домена от дозы заряда, периода и ширины области сканирования. Полученные результаты позволили оптимизировать процедуру создания регулярных доменных структур.

Облучение ионным пучком позволило получить регулярные полосовые доменные структуры с минимальным периодом 1 мкм. С помощью электронного луча были получены структуры с периодом до 2 мкм. Наибольшая глубина полосового домена, измеренная методом КМКР, составила около 40 мкм.

Облучение электронным пучком было использовано для формирования регулярной доменной структуры в SPE канальных волноводах. При генерации второй гармоники в волноводе с регулярной доменной структурой была достигнута эффективность преобразования до 47 %/(Вт*см). Полуширина зависимости мощности ГВГ от длины волны близка к расчетной для идеальной структуры.

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ, при финансовой поддержке РФФИ (15-32-21102-мол_а_вед), гранта Президента РФ для молодых ученых (МК-8441.2016.2) и Правительства Российской федерации (постановление 211, контракт 02.A03.21.0006).

1. *M.M. Neradovskiy, V.Ya. Shur, N.A. Naumova, D.O. Alikin, A.I. Lobov, H. Tronche, E. Quiller, P. Baldi, M.P. De Micheli.* Ferroelectrics, 2015, 476, 127-133.

2. *V.Ya. Shur*, J. Mater. Sci., 2006, 41, 199-210.

Ионное наноструктурирование магнитных пленок

С.А. Гусев[1], Н.С. Гусев[1], М.Н. Дроздов[1], Ю.А. Петров[2], М.В. Сапожников[1], Д. А. Татарский[1]

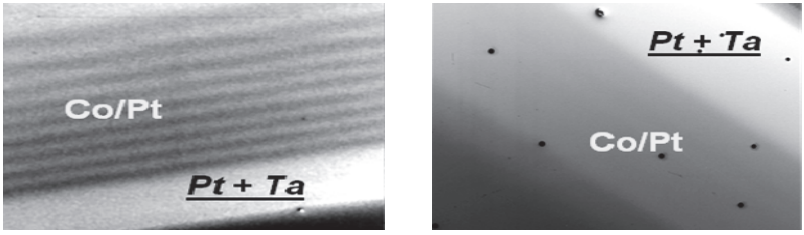
1 Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия
2 Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург

В данной работе представлены результаты экспериментальных исследований по управлению структурными характеристиками и магнитными состояниями ферромагнитных наноструктур с помощью облучения их ионами разного типа. В ходе наших работ изучались два типа образцов: одиночные «мягкие» магнитные пленки $Co_{40}Fe_{60}$ толщиной от 10 до 30 nm (с подслоем 1 нм пермаллоя) и многослойные пленки Co/Pt с перпендикулярной магнитной анизотропией.

Облучение пленок CoFe выполнялось ионами Ga^+ (энергией 30 кэВ) с использованием двух лучевого микроскопа NEON 40 (Carl Zeiss). В этих экспериментах дозы облучения имели величину значительно меньшую, чем используются при ионном распылении материалов (от 10^{12} до 10^{15} ионов/см^2). Структурные превращения в пленках CoFe, изучались с помощью просвечивающего электронного микроскопа LIBRA 200MC. В ходе этих исследований было обнаружено значительное увеличение размеров кристаллических зерен пленки и получены распределения по размерам в зависимости от дозы облучения. Известно, что размер кристаллических зерен является одним из основных параметров, определяющих магнитные характеристики ферромагнитных пленок [1], что также было зарегистрировано в этих экспериментах. Однако, полученные нами количественные данные не согласуются с экспериментальными результатами работы [2], и противоречат теоретической модели слабой случайной анизотропии [3] в поликристаллических пленках. В наших экспериментах было зафиксировано уменьшение коэрцитивности пленок с ростом размеров кристаллитов CoFe. Также было обнаружено, что если исходная пленка обладала анизотропией магнитных свойств в плоскости, то её величина значительно уменьшалась при дозах облучения больше 10^{13} ионов/см^2. Полученные экспериментальные результаты требуют дальнейших исследований и теоретического объяснения. Тем не менее, уже сейчас видно, что технология ионного облучения весьма перспективна для корректировки магнитных характеристик пленок, и поскольку длина пробега ионов зависит от их энергии (для 30кэВ Ga^+ в CoFe она не превышает ~30 нм), то уменьшая энергию ионов можно точно задавать и толщину ионной «обработки» тонких пленок.

Многослойные пленки Co/Pt с толщиной слоев от ~ 0.5 до ~ 2 нм (количество периодов от 1 до 10) облучались более легкими ионами He^+ той

же энергии. При таком облучении увеличивается шероховатость границ раздела пленок и происходит активное перемешивание материала слоев. Моделирование взаимодействия He^+ ионов с нашими структурами с помощью пакета программ SRIM, показывает, например, что при дозовой нагрузке 10^{15} $см^{-2}$ примерно каждый десятый атом многослойной пленки смещается примерно на 0.4 нм. В наших экспериментах доза облучения варьировалась от ~ 10^{14} до 10^{16} $см^{-2}$. Перемешивание материалов наблюдалось в ходе анализа элементного состава структур методом ВИМС на установке TOF.SIMS-5 с времяпролетным масс-анализатором. Также этот



а) *б)*

Рис. 1. СЭМ изображение (NEON 40, вторичные электроны) боковой стенки кратера травления после ВИМС анализа многослойных структур Co/Pt: а) до облучения; б) после облучения ионами He^+ дозой ~10^{14} ионов/$см^2$.

эффект хорошо был виден при изучении в сканирующем электронном микроскопе боковых стенок кратеров, образованных в ходе ВИМС анализа, и которые по сути представляют собой косой шлиф структуры с углом клина менее 0.1° (Рис. 1). Структурные изменения Co/Pt при ионном облучении могут вызывать как уменьшение перпендикулярной магнитной анизотропии и коэрцитивности структур, так и смену типа анизотропии на легкую плоскость при больших дозах. Эта возможность была использована для локальной модификации магнитных свойств многослойных структур и создания периодических решеток с помощью остро фокусированных пучков He^+ (диаметр ~ 1 нм) на ионном гелиевом микроскопе Orion (Carl Zeiss) с системой литографии Nanomaker. Минимальный размер модифицированных зон составлял ~ 50 нм (здесь нас ограничивала разрешающая способность МСМ измерений), но по оценкам для таких He^+ пучков можно формировать структуры с пространственным разрешением менее 10 нм, что является весьма перспективным для создания систем сверхплотной магнитной записи.

Работа поддержана грантами РФФИ.

1. *С.А. Гусев, Д.А. Татарский., А.Ю. Климов.* ФТТ, 2013, 55, 435-439.
2. *M. Vopsaroiu, M. Georgieva, P.J. Grundy*. J. Appl. Phys., 2005, **97**, 10N303.
3. *G. Herzer*, IEEE Trans. Magn., 1990, **26**, 1397-1402

Влияние облучения подложки электронным лучом на газофазный синтез графеноподобных

М.А. Князев, Д.М. Седловец, О.В. Трофимов

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

В последние годы в научной литературе появилось множество примеров прямого осаждения графеноподобных пленок (ГПП) на стекле, слюде, кварце, сапфире, а также на основной подложке для микроэлектроники – окисленном кремнии. Однако до настоящего времени все работы были посвящены исключительно неселективному осаждению. Следовательно, процесс создания микроструктур на основе синтезированных пленок потребует использования литографии, в процессе которой пленка может получать повреждения. Это явление особенно нежелательно в силу того, что графеновые пленки, полученные на диэлектриках, в основном имеют низкую степень структурного совершенства.

Прямое осаждение графеновых пленок на неметаллических поверхностях представляет собой сложное физико-химическое явление, механизм которого детально еще не изучен. Однако в работах на эту тему [1,2] говорится о влиянии состояния поверхности подложки на процесс осаждения, и поэтому, если ее каким-либо образом модифицировать, можно ожидать изменения скорости осаждения.

В ходе данной работы было обнаружено влияние предварительного экспонирования поверхности SiO_2/Si электронным лучом (ЭЛ) на процесс осаждения на нем графеноподобных пленок. Затем были найдены условия селективного осаждения пленки.

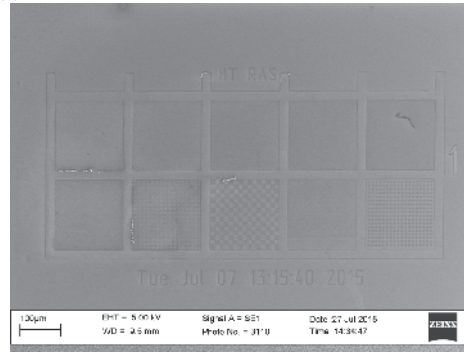


Рис. 1. Изображение графеноподобной пленки, осажденной на избирательно облученном SiO_2/Si, полученное с помощью СЭМ (ZEISS Evo 50)

На рисунке 1 приведено изображение ГПП, осажденной на избирательно облученном окисленном кремнии. Дата, надпись «IMT RAS» и сетка внутри квадратов предварительно были «нарисованы» ЭЛ на поверхности SiO_2/Si. Исследования с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) показали, что на облученной поверхности углеродная пленка имеет бóльшую толщину.

Кроме того, показана возможность селективного осаждения ГПП на подложках из кварца, сапфира, ситалла, AlN. Изучены зависимости свойств осажденных ГПП от дозы предварительного экспонирования. Полученные данные служили основой для выбора оптимальных условий синтеза ГПП с требуемыми характеристиками.

В ходе исследований было исключено влияние на результат эксперимента следующих факторов: возможное загрязнение поверхности углеродными частицами в камере сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) [3], а также образование нанокластеров и дефектов[4], которые могут играть роль центров нуклеации во время синтеза. Предполагается, что влияние предварительного экспонирования на процесс осаждения осуществляется посредством заряда, аккумулированного в диэлектрике, т.к. известно, что при воздействии ЭЛ на диэлектрики заряд может накапливаться и частично сохраняться в поверхностном слое [5-7] и влиять затем на процесс роста. Приведены данные АСМ, подтверждающие это предположение.

Таким образом, разработана методика селективного осаждения ГПП на поверхности предварительно заряженных диэлектриков. В перспективе она позволит создать новую технологию микроструктурирования образцов для электроники – без использования сложного и ресурсоемкого процесса электронной литографии, способного вносить повреждения в структуру пленки.

1. *M.-Y. Lin, C.-F. Su, S.-C. Lee, S.-Y. Lin.* Journal of Applied Physics, 2014, 115, 223510.

2. *J. Sun, N. Lindvall, M. T. Cole, T. Wang, T. J. Booth, P. Boggild, K. B. Teo, J. Liu, A. Yurgens.* Journal of Applied Physics, 2012, 111, 044103.

3. *A. Griffiths, T. Walther.* Journal of Physics: Conference Series, 2010, 241, 012017.

4. *E. Kolesnikova, A. A. Sitnikova, V. Sokolov, M. Zamoryanskaya.* Solid State Phenomena, 2005, 108, 729-734.

5. *E. Rau, E. Evstaf'eva, S. Zaitsev, M. Knyazev, A. Svintsov, A. Tatarintsev.* Russian Microelectronics, 2013, 42, 89-98.

6. *J. Barnes, A. Hoole, M. Murrell, M. Welland, A. Broers, J. Bourgoin, H. Biebuyck, M. Johnson, B. Michel.* Applied Physics Letters, 1995, 67, 1538-1540.

7. *E. Snow, A. Grove and D. Fitzgerald.* Proceedings of the IEEE, 1967, 55, 1168-1185.

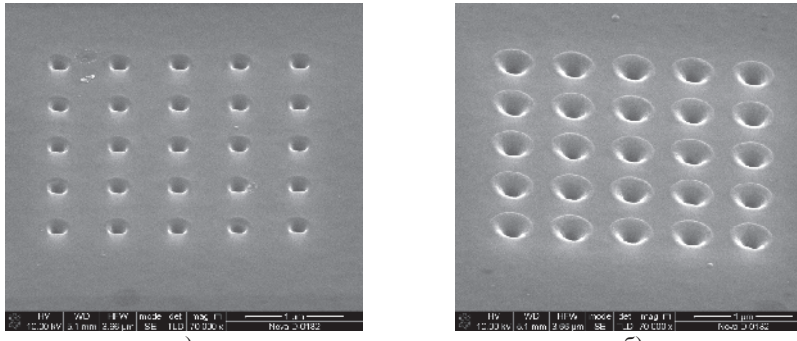
Исследование разрешающей способности локального ионно-лучевого травления кремния

А.С. Коломийцев[1], И.Н. Коц[1], С.А. Лисицын[1]

1 «Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета 347922, г. Таганрог, Ростовская область, Россия

Совершенствование перспективных методов наноразмерного профилирования поверхности полупроводниковых материалов – необходимое условие развития элементной базы наноэлектроники. В настоящее время, наряду с традиционными методами литографии, такими как оптическая, электронная и рентгеновская, развиваются также методы прямого безмасочного формирования наноразмрных структур. Одним из наиболее перспективных методов наноразмерного профилированиия является локальное ионно-лучевое травление фокусированным ионным пучком (ФИП) [1]. Целью данной работы является проведение экспериментальных исследований для определения влияния параметров ионно-лучевого травления на разрешающую способность наноразмерного профилирования поверхности кремния.

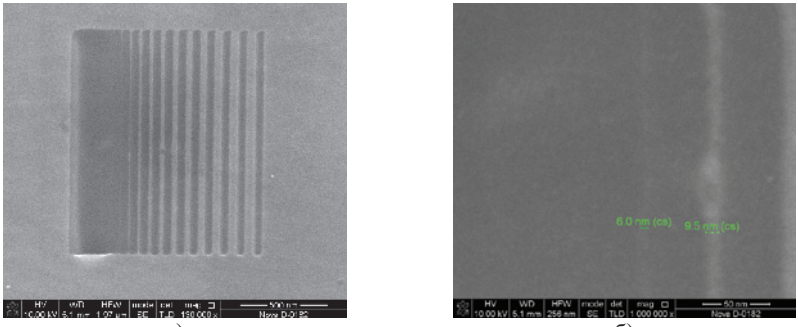
В ходе выполнения экспериментальных исследований использовался растровый электронный микроскоп с ионной колонной Nova NanoLab 600 (FEI Company). На начальном этапе исследований были сформированы шаблоны для травления, представляющие собой потоковые ASCII-файл, содержащие координаты 25 точек воздействия ФИП. При травлении кремния марки КЭФ-4,5 по шаблону время воздействия ФИП в точке варьировалось от 0,5 нс до 2,5 мкс, а ток пучка от 1 пА до 5 нА. РЭМ-изображения сформированных структур при количестве проходов луча по шаблону 6000 и 46000 представлены на рис. 1.



а) б)

Рис. 1. РЭМ изображения сформированных структур а) - при количестве проходов 6000, б) - при количестве проходов 46000

На следующем этапе исследований был сформирован шаблон, приставляющий собой параллельные линии, расстояние между которыми варьировалось от 5 до 50 нм с шагом в 50 нм. Травление по шаблону производилось при аналогичном изменении основных технологических параметров. РЭМ изображения массива линий представлены на рис. 2.



а) б)

Рис. 2. РЭМ изображения массива линий при токе травления 1 пА и времени воздействия 1 мкс

После проведения операций ионно-лучевого травления геометрические характеристики сформированных структур исследовались методом полуконтактной атомно-силовой микроскопии с использованием сканирующей зондовой нанолаборатории Ntegra Vita (ЗАО «НТ-МДТ»). Анализ полученных данных показывает, что при увеличении значения тока ионного пучка увеличиваются геометрические размеры наноразмерных структур. Установлено, что увеличение числа проходов ионного пучка по шаблону в 10 раз приводит к увеличению глубины и латеральных размеров наноструктур примерно в 1,5 - 2 раза. При увеличении тока ионного пучка в 10 раз (с 0,1 нА до 1 нА), средний диаметр наноструктур возрастает примерно в 2,5 раза, когда как средняя глубина – примерно в 6,5 раз. Анализ результатов второго этапа исследований показывает, что наилучшее разрешение технологических операций профилирования поверхности кремния методом ионно-лучевого травления достигается при минимальных значениях тока ионного пучка (1-50 пА).

Работа выполнена в рамках Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых - кандидатов наук (Проект № МК-6163.2016.8).

1. Агеев О.А., Коломийцев А.С., Коноплев Б.Г. и др Исследование разрешающей способности наноразмерного профилирования методом фокусированных ионных пучков // Российские нанотехнологии. 2014. Т. 9. № 1-2. С. 40-43.

Исследование свойств электронного резиста AR-P 6200.04 при его использовании для ионной нанолитографии

К.К. Лаврентьев, В.В. Никольская

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, Зеленоград, Россия

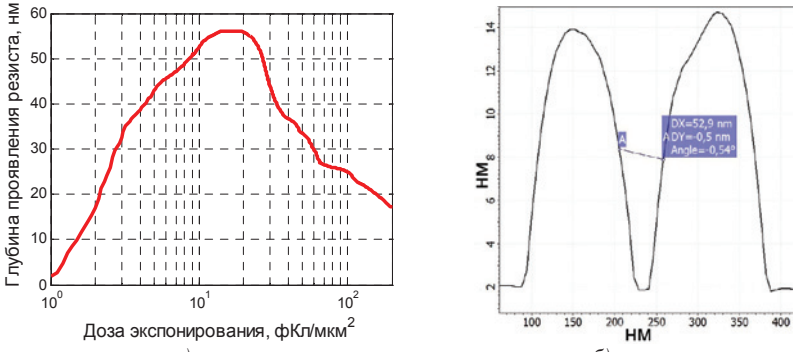
Сканирующая ионная литография является единственным методом, сочетающим высокую скорость экспонирования, наноразмерное разрешение и возможность создания литографического рисунка без изготовления дорогостоящего физического шаблона. Поскольку коммерчески доступных материалов для экспонирования фокусированным ионным пучком (ФИП) не существует, в ионной литографии используются электронные резисты, и вначале необходимо разработать методику исследования свойств резиста при его применении в ионной нанолитографии. Позитивный электронный резист AR-P 6200.04 выбран как один из наиболее перспективных ввиду высоких контрастности, чувствительности и сопротивляемости плазменному травлению. Однако в публикациях приведены сведения, касающиеся только электронной литографии. В настоящем исследовании разработана методика нахождения основных характеристик резиста AR-P 6200 как материала для ионной литографии и определены оптимальная доза экспонирования, контрастность и минимальный топологический размер элемента.

Для определения необходимой дозы экспонирования разработан программный шаблон тестовой структуры, состоящей из массива квадратов со стороной 3 мкм с возрастающей дозой экспонирования. Проявленные структуры исследовались методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Данная форма структур выбрана в связи с погрешностью определения глубины узких канавок при атомно-силовом сканировании ввиду конволюции зонда с образцом. Все тестовые шаблоны были проэкспонированы при двух значениях тока пучка ионов галлия – 1 пА и 30 пА, энергия пучка 30 кэВ.

В настоящем эксперименте использован проявитель AR 600-646, позволяющий получить наиболее высокое разрешение литографии с использованием резиста AR-P 6200.04. На основе АСМ-изображений структур построена дозовая кривая для резиста (рис. 1, а). Максимальная глубина проявления составляет 56 нм и ограничена малой длиной пробега ионов в резисте. При малых дозах экспонирования глубина проявления резиста возрастает с увеличением дозы, однако при дальнейшем увеличении времени воздействия ФИП начинает убывать вследствие преобладания эффекта полимеризации резиста над разрывом внутримолекулярных связей. Аналогичный эффект наблюдается при экспонировании как электронным, так и ионным пучком большинства позитивных электронных резистов [1, 2, 3].

$$\gamma = \left| \frac{d\left(h/h_0\right)}{d\left(\log_{10}\left(D/D_0\right)\right)} \right| \qquad (1)$$

На основе угла наклона линейного участка дозовой кривой по формуле (1) из [4] определена контрастность резиста AR-P 6200 при экспонировании ионным пучком и проявлении в AR 600-546, которая составила 21.



а) *б)*

Рис. 1. а) дозовая кривая резиста AR-P 6200 при экспонировании ионным пучком; б) Профиль микрорельефа пары металлических линий, созданных методом обратной литографии и полученный методом АСМ

Методом обратной литографии с применением резиста AR-P 6200 созданы протяженные металлические прямые линии. Ширина линий, в зависимости от дозы экспонирования, составила от 60 до 100 нм. Минимальная контролируемая ширина зазора между парными линиями составила менее 50 нм (рис. 1, б). Полученные результаты являются важным вкладом в совершенствование методик безмасочной нанолитографии.

1. *Hoole A. C. F., Welland M. E., Broers A. N.* Negative PMMA as a high-resolution resist-the limits and possibililities // Semicond. Sci. and Technol. – 1997. Vol. 12, No. 9. – pp. 1166-1170.

2. *А.А Зайцев, К.К. Лаврентьев, Д.Д. Левин, К.А. Царик.* Влияние воздействия фокусированного ионного пучка на свойства полиметилметакрилата при создании наноструктур // Труды 56-й научной конференции МФТИ. Физическая и квантовая электроника. – М.: МФТИ, 2013. – с. 49-50.

3. *К.К. Лаврентьев.* Особенности формирования наноразмерных элементов нитридной электроники с помощью обратной ионной литографии с применением электронного резиста // Труды 57-й научной конференции МФТИ. Физическая и квантовая электроника. – М.: МФТИ, 2014. – с. 47-48.

4. *W.M. Moreau.* Semiconductor Lithography: Principles, Practices, and Materials (Microdevices) / New York.: Plenum Press, 1988. – 952 p.

Локальное травление нитрида кремния, усиленное облучением ионами гелия

Ю.В. Петров, Т.В. Шаров, В.Ю. Михайловский, А.П. Барабан, О.Ф. Вывенко

Санкт-Петербургский Государственный Университет, г. Санкт-Петербург, Петродворец, Ульяновская 1

Тонкие пленки нитрида кремния на кремнии являются распространенным материалом современной полупроводниковой электроники. В связи с этим по-прежнему остается актуальной проблема разработки новых методов модификации свойств данного материала. В настоящее время одним из наиболее перспективных методов модификации свойств тонких пленок является локальное облучение ионами гелия с использованием сканирующего ионного гелиевого микроскопа [1]. Данный прибор позволяет сфокусировать пучок ионов гелия с энергией 10-40 кэВ до субнанометровых размеров, что, в сочетании со слабым рассеянием ионов в тонких пленках и малым выходом отраженных ионов, позволяет достичь высокого пространственного разрешения модификации.

К настоящему моменту продемонстрирована возможность локальной модификации различных свойств тонких пленок, в том числе графена [2], сверхпроводящих тонких пленок [3]. Также была продемонстрирована возможность изменения скорости травления нитрида кремния при облучении ионами гелия [4].

В данной работе показано изменение локальной скорости жидкостного химического травления пленок нитрида кремния на кремнии и достижимое пространственное разрешение формирования структур указанным методом. Исследовались образцы пленок нитрида кремния, полученные методом осаждения из газовой фазы, толщиной 500 нм и 100 нм. Локальное облучение проводилось с использованием сканирующего ионного гелиевого микроскопа Zeiss ORION, оборудованного системой ионной литографии Nanomaker. Образцы были подвергнуты облучению ионами гелия с энергией в диапазоне от 15 до 35 кэВ и дозами от 10^{14} $см^{-2}$ до 10^{18} $см^{-2}$. После травления в плавиковой кислоте образцы исследовались методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Показано, что локальное облучение нитрида кремния с дозами от 10^{15} $см^{-2}$ до 10^{17} $см^{-2}$ приводит к увеличению скорости травления в плавиковой кислоте в три раза. Увеличение дозы облучения приводит к образованию пузырей гелия. Получено распределения скорости травления по глубине, а также зависимость скорости травления от энергии ионов. Проведено срав-

нение полученных результатов с распределением дефектов, рассчитанным методом Монте-Карло, с использованием программного пакета SRIM. Продемонстрирована возможность формирования различных структур из нитрида кремния данным методом с разрешением порядка 20 нм (рис.1).

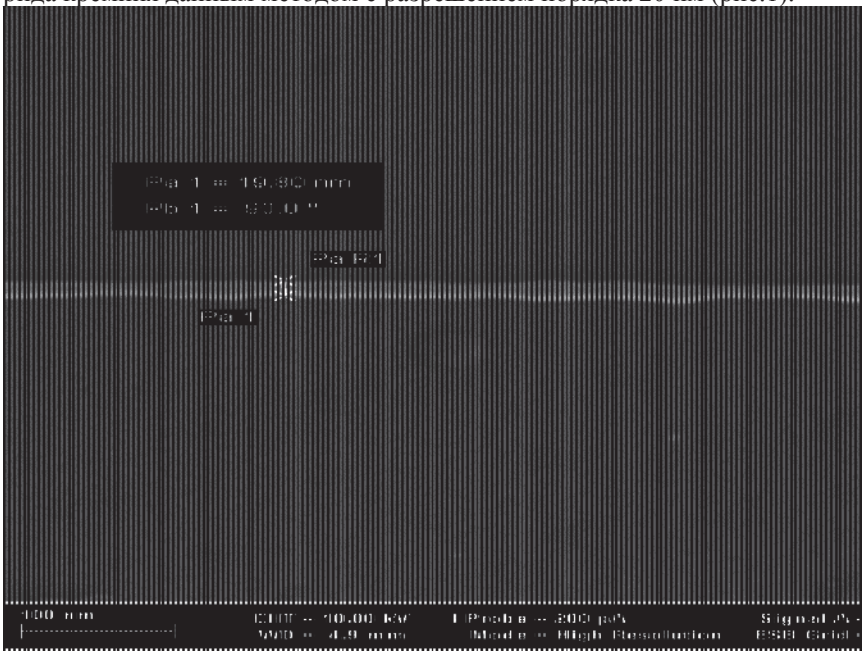


Рис. 1. Структура из нитрида кремния на кремнии, полученная жидкостным травлением после облучения ионами гелия.

Работа выполнена с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ.Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований, проект 16-32-0050 мол_а.

1. *J. Morgan, J. Notte, R. Hill, B. Ward.* Microscopy Today (2006) 14(4)

2. *Yu I. Latyshev, A. P. Orlov, V. A. Volkov, V. V. Enaldiev, I. V. Zagorodnev, O. F. Vyvenko, Yu V. Petrov & P. Monceau*. Scientific Reports 4: 7578 (2014) DOI: 10.1038/srep07578

3. *S. A. Cybart, E. Y. Cho, T. J.Wong, Björn H. Wehlin, M. K. Ma, C. Huynh and R. C. Dynes.* Nature Nanotechnology 2015, DOI:10.1038/NNANO.2015.76

4. *Yu.V. Petrov, T.V. Sharov, A.P. Baraban, O.F. Vyvenko*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 349 (2015) 90–95

Формирование сегнетоэлектрических доменов в монокристаллах ниобата лития под действием пучков заряженных частиц

Д.С. Чезганов[1,2], Е.О. Власов[1], Л.В. Гимадеева[1], В.А. Квашнин[1], М.М. Нерадовский[1], А.Р. Ахматханов[1,2], М.А. Чувакова[1], Д.О. Аликин[1], Д.К. Кузнецов[1], Ю.В. Петров[3], В.Ю. Михайловский[3], В.Я. Шур[1,2]

1 Институт естественных наук, Уральский федеральный университет, 620000, г. Екатеринбург, Россия
2 ООО «Лабфер», 620014, г. Екатеринбург, Россия
3 Междисциплинарный Ресурсный Центр по направлению "Нанотехнологии", Санкт-Петербургский государственный университет, 198104, Санкт-Петербург, Россия

Формирование сегнетоэлектрических доменов под действием пучков заряженных частиц (электронов и ионов) в монокристаллах ниобата лития (LN) было изучено экспериментально и с помощью компьютерного моделирования. Были созданы периодические доменные структуры, а также продемонстрирована генерация второй гармоники (ГВГ).

Облучение полярных поверхностей производилось с помощью сканирующих электронных и ионных микроскопов (Auriga Crossbeam, NVision 40 и Orion, Carl Zeiss), оснащенных системами электронно–ионно–лучевой литографии (Elphy Multibeam, Elphy Quantum, Raith и Nanomaker, Interface Ltd.). Использовались два режима облучения: структурами, состоящими из точек и полос с различными периодами и дозами. На противоположную поверхность наносился сплошной металлический электрод. Исследуемые образцы представляли собой пластины конгруэнтного LN, легированного MgO, вырезанные перпендикулярно полярной оси, толщиной 0,5 и 1 мм, а также пластины стехиометрического LN толщиной 0,5 мм. Доменная структура была визуализирована методами оптической микроскопии (ОМ), сканирующей микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО), атомной силовой микроскопии (АСМ), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и конфокальной микроскопии комбинационного рассеяния (КМКР). Пространственное распределение поверхностного потенциала измерялось с помощью микроскопии зонда Кельвина (МЗК).

Были измерены и проанализированы зависимости геометрических параметров созданных доменных структур (поперечный размер, форма, глубина) от условий облучения (ускоряющее напряжение, ток, доза заряда, период, начальный размер элемента дизайна, наличие поверхностных слоев) [1-4]. Полученные зависимости были использованы для оптимизации процесса создания регулярных доменных структур.

С помощью компьютерного моделирования было изучено формирование пространственного заряда и распределение электрического поля. Механизм образования и роста доменов под действием поля, создаваемого пространственным зарядом, объяснен в рамках кинетического подхода [5].

Полученные результаты позволили создать облучением ионным пучком двумерную матрицу изолированных доменов с минимальным периодом 800 нм. Минимальный период регулярных полосовых доменных структур составил 800 нм при использовании ионного пучка и 4 мкм для электронного.

Для регулярной доменной структуры с периодом 6,89 мкм была продемонстрирована генерация второй гармоники с получением зеленого света с длиной волны 532 нм. Высокая однородность созданной регулярной доменной структуры была подтверждена однородным пространственным распределением эффективности преобразования (большей, чем для переключения создании регулярной доменной структуры традиционным приложением электрического поля системой полосовых электродов) [3].

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ и Междисциплинарного Ресурсного Центра по направлению "Нанотехнологии" СПбГУ, при финансовой поддержке РФФИ (15-32-21102-мол_а_вед), гранта Президента РФ для молодых ученых (МК-8441.2016.2) и Правительства Российской федерации (постановление 211, контракт 02.A03.21.0006).

1. *V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, D.O. Alikin, M.M. Neradovskiy, D.K. Kuznetsov. M.M. Smirnov*. Appl. Phys. Lett., 2014, 105, 052908.

2. *D.S. Chezganov, M.M. Smirnov, D.K. Kuznetsov, V.Ya. Shur*. Ferroelectrics, 2015, 476, 117-126.

3. *V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, A.R. Akhmatkhanov, D.K. Kuznetsov*. Appl. Phys. Lett., 2015, 106, 232902.

4. D.S. Chezganov, D.K. Kuznetsov, V.Ya. Shur, Ferroelectrics 496, (2016). (в печати).

5. *V.Ya. Shur*. J. Mater. Sci., 2006, 41, 199-210.

Аналитическое описание размеров области засветки в ионной литографии

Я.Л. Шабельникова[1], С.И. Зайцев[1]

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

Существуют соображения, свидетельствующие о том, что ионно-лучевая литография позволит преодолеть принципиальный физический предел разрешения электронно-лучевой литографии в 10нм. Действительно, масса ионов на несколько порядков превосходит массу электронов, что обуславливает, во-первых, существенно меньшую глубину проникновения пучка а, во-вторых, более слабое угловое рассеяние в мишени. Это может позволить получать существенно меньшие области засветки при экспонировании ионами по сравнению с электронными пучками. Кроме того, поскольку экспонирование происходит в основном за счет смещения атомов резиста, а не за счет взаимодействия с электронами, то исчезает ограничение, связанное с пробегом вторичных электронов.

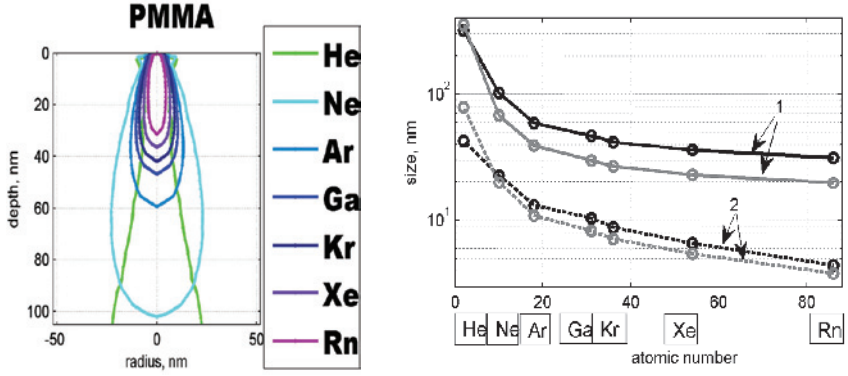
Однако в настоящее время неполнота и фрагментарность описанных в литературе исследований, касающихся физики взаимодействия ионов с мишенями из легких атомов (что характерно для органических резистов), не позволяют по достоинству оценить возможности метода ионной литографии в плане достижимого разрешения.

С целью выяснить характерные размеры области засветки (т.е. области, в которой осаждается энергия пучка ионов, и размер которой определяет разрешение), было проведено моделирование. Расчеты проводились для двух наиболее часто используемых резистов, – PMMA (полиметил-акрилат) и HSQ (водород-силсеквиоксан), и широкого ряда ионов от гелия до радона (а именно, He, Ne, Ar, Ga, Kr, Xe, Rn) с энергией 30кэВ.

При расчетах было сделано предположение о том, что осажденная ионами энергия подчиняется распределению Гаусса в плоскости перпендикулярной направлению пучка, а ширина этого гаусса изменяется с глубиной. Был использован программный пакет SRIM, рассчитывающий траектории ионов методом Монте Карло. Выходные данные этой программы обрабатывались посредством созданного в пакете Matlab программного кода. Облучаемый резист по глубине подразделялся на слои и для каждого слоя рассчитывалась величина осажденной в нем энергии $E(z)$, а также среднее отклонение ионов от оси пучка $R(z)$ (усреднение производилось по энергиям ионов). На основе этих данных строилось пространственное распределение осажденной энергии

$$\mathcal{E}(x,y,z) = \frac{E(z)e^{-\frac{x^2+y^2}{R(z)^2}}}{\pi R(z)^2} = \varepsilon(z)e^{-\frac{x^2+y^2}{R(z)^2}}$$

Характеристикой области засветки служила изолиния пространственного распределения энергии ионов, внутри которой содержится ½ энергии (рис. 1). Были исследованы размеры области модификации свойств резистов в зависимости от энергии, массы ионов и времени экспонирования. Показано, что в случае использования тяжелых ионов поперечный размер области осажденной энергии (а значит, и характерный размер деталей изготавливаемых в ходе литографического процесса структур) может составлять менее десяти нанометров.



а) *б)*

Рис. 1. а) Вид изолиний, характеризующих область засветки для ряда ионов и PMMA; б) Зависимость глубины(*1*) и радиуса(*2*) области засветки от атомного номера ионов. Черная кривая для PMMA, серая – для HSQ.

Было показано, что функция осажденной в слое на глубине z энергии $E(z)$ может быть с хорошей точность приближена функцией Гаусса. Таким образом, для функции распределения осажденной ионами энергии предложено аналитическое описание в виде произведения двух гауссовых функций (одна из них описывает радиальное распределение энергии, вторая – зависимость по глубине). При этом ширины и центры этих гауссовых функций определяются энергетической и транспортной длинами, а также атомным номером ионов в резисте.

Секция 9.
Применение методов микроскопии в физике, материаловедении, микро- и наноэлектронике

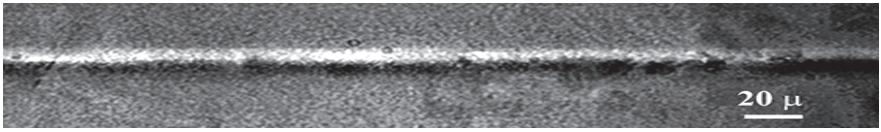
Магнитная структура аморфных микропроводов в стеклянной оболочке

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

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

Аморфные микропровода в стеклянной оболочке (АМСО) ферромагнитных составов, изготовленные методом Улитовского-Тейлора, обладают интересными для практических приложений магнитными и высокочастотными свойствами: естественный ферромагнитный резонанс в диапазоне частот 1-10 ГГц, бистабильное перемагничивание, эффект гигантского магнитного импеданса, малая коэрцитивная сила и др.[1, 2] Свойства АМСО определяются их композиционной магнитной структурой. Значительный вклад в формирование вносит магнитоупругая анизотропия, которая определяется характером распределения внутренних механических напряжений и магнитострикцией.[3] Остаточные внутренние механические напряжения возникают в процессе изготовления микропроводов: при закалке, вытягивании, затвердевании (из-за разницы коэффициентов термического расширения металла и стекла). На основании расчетов распределения внутренних напряжений в АМСО [4] предполагается, что магнитная структура ферромагнитного микропровода состоит из внутренних цилиндрических доменов, намагниченность которых направлена вдоль оси провода, и поверхностного кольцевого слоя доменов, ориентация намагниченности в котором зависит от магнитострикции λ провода: радиальная – $\lambda > 0$, циркулярная – $\lambda < 0$ [5-7]. В данной работе, с помощью методов магнитно-силовой и атомно-силовой микроскопии, магнитно-оптической микроскопии индикаторных пленок, сканирующей электронной микроскопии и вибрационной магнитометрии проведено исследование магнитной структуры микропроводов с отрицательной и положительной константой магнитострикции. Получены магнитно-оптические (МОИП) изображения микропроводов на основе Co и Fe (с константами магнитострикции разного знака) в исходном состоянии, при намагничивании во внешнем магнитном поле, направленном вдоль оси провода и при его повороте на угол 30° (см. рис.). МОИП-изображения сняты вдоль отрезка провода длиной около 1 см. Также получено магнитно-силовое изображение от торца микропровода.

а)



б)

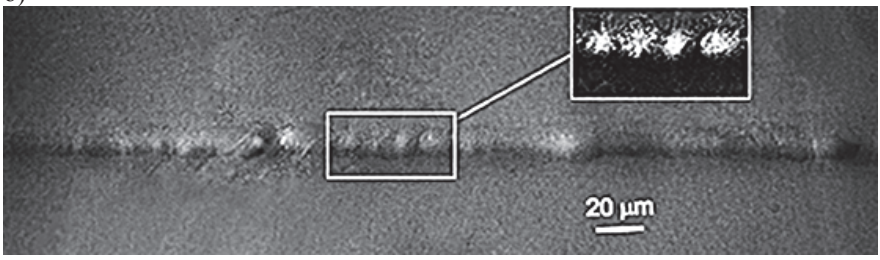


Рисунок 1. МОИП изображение образцов микропровода на основе Co (а) и Fe (б) при приложении внешнего магнитного поля величиной 168 Э под углом 30 градусов к оси образца

На основании полученных изображениях сделано заключение о наличии поверхностного кольцевого доменного слоя вокруг сердцевины микропроводов. Его структура и морфологические характеристики зависят от константы магнитострикции и уровня внутренних механических напряжений. Сложная магнитная структура микропроводов определяет гистерезисные характеристики и их изменение при понижении уровня механических напряжений. По данным измерениям петель гистерезиса сделана оценка толщины поверхностного кольцевого слоя доменов.

1. *M. Vazquez, C. Gomez-Polo, D.-X. Chen, A. Hernando.* Magnetics, IEEE Transactions on., (1994), 30, 907-912.

2. *L.V. Panina, D. P. Makhnovskiy, K. Mohri*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (2004), 272/276(2), 1452−1459.

3. *И.В. Золотухин.* 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. Zhuko.* Journal of Materials Research, (1996), 11, 2499-2505.

6. *N. N. Orlova, A. S. Aronin, S. I. Bozhko, Yu. P. Kabanov, and V. S. Gornakov*. Journal of Applied Physics, (2012), 111, 073906-1 – 073906-7.

7. J. Yamasaki, F. B. Humphrey, K. Mohri, H. Kawamura, and H. Takamure, R. Mälmhäll. Journal of Applied Physics, (1988), 63, 3949-3951

Магнитная структура и проводимость наногранулированных композитных пленок $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{1-x}$

И.В. Антонец[1], Е.А. Голубев[2], Л.Н. Котов[1]

[1]*ФГБОУ ВО СГУ им. Питирима Сорокина, Сыктывкар*
[2]*Институт геологии Коми научного центра УрО РАН, Сыктывкар*

Проводящие и отражающие свойства аморфных наногранулированных композитов, а также влияние их наноструктуры на свойства активно исследуются. Например, для пленок состава $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Zr_2O_3)_{1-x}$ выявлено [1], что динамическая проводимость в диапазоне СВЧ, определяемая по коэффициенту отражения ЭМ волн, превышает статическую, измеренную на постоянном токе, на два-четыре порядка, принимая такие значения задолго до порога перколяции металлической фазы. Результаты, полученные с использованием АСМ и СЭМ показывают, что гранулированная наноструктура композитных пленок оказывает непосредственное влияние на их проводящие и отражающие свойства в диапазоне СВЧ [2,3].

Приводятся результаты исследований рельефа и наноструктуры аморфных гранулированных композитных пленок состава $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{1-x}$ и выявления взаимосвязи между их наноструктурой и проводящими, отражающими и магнитными свойствами. Пленки были изготовлены в Воронежском ГТУ методом ионно-лучевого напыления [4]. Толщины пленок и однородность элементного состава определялись с помощью СЭМ Tescan Vega LMH (Чехия) с детектором X-MAX. Исследование поверхности образцов проводилось с помощью АСМ Интегра Prima (NT-MDT). Использовались полуконтактный и контактный режимы для изучения топографии, резистивный для изучения проводящих свойств и магнитно-силовой режим для изучения магнитных свойств.

Выявлено, что от содержания металлической фазы значительно изменяются как средние размеры зерен Ф, так и проводимость пленок σ . Эти изменения хорошо описываются эмпирической функцией вида:

$$y(x) = \frac{A_1 - A_2}{1 - \exp\left(\frac{x - x_0}{dx}\right)} + A_2,$$

где A_1, A_2 – параметры, связанные с толщиной пленок, а dx, x_0 – с содержанием металлической фазы. Аналогичной функцией для тонких металлических и металл-диэлектрических пленок описывались [1-3] зависимости проводимости от толщины $\sigma(d)$, а для некоторых аморфных гранулированных композитных пленок – зависимости средних размеров зерен от толщины $\Phi(d)$. Логнормальный вид распределения частиц по размерам указывает на аморфность материала пленок. Показано, что наноструктура аморфных

гранулированных композитных пленок определяет их проводящие свойства, а зависимости проводимости и среднего размера зерен от содержания металлической фазы коррелируют между собой. Методом МСМ визуализирована магнитная доменная структура пленок. С ростом содержания металлов структура магнитных доменов в пленках существенно изменяется. В пленках с содержанием металлической фазы до 45 % магнитной структуры не обнаружено. При увеличении содержания металлов наблюдалась хорошо упорядоченная полосовая доменная структура, что указывает на перпендикулярную магнитную анизотропию в пленках.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства Образования и науки РФ, проект № 1503.

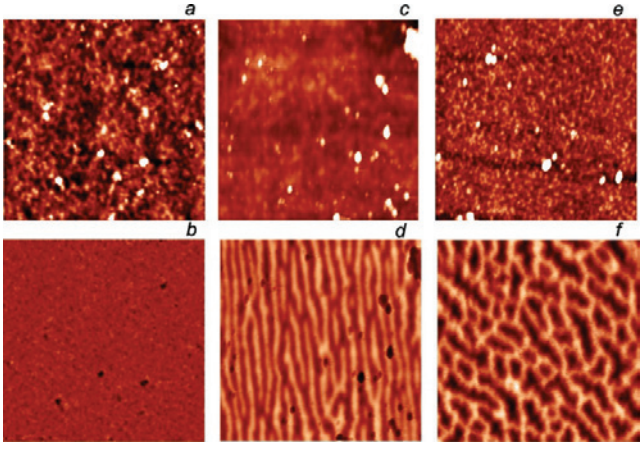


Рис. АСМ-изображения (*a,c,e*) поверхности пленок (скан 5×5 μm) и соответствующие им МСМ-изображения (*b,d,f*). Содержание металлической фазы: *a, b* — 32 ат %; *c, d* — 54 ат %; *e, f*— 69 ат %.

1. *Антонец И.В., Котов Л.Н., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И.* // Письма в ЖТФ. 2014. Т. 40. № 14. С. 1–6.

2. *Антонец И.В., Голубев Е.А., Котов Л.Н.* // Известия Коми НЦ УрО РАН. 2015. № 1 (21). С. 13–21.

3. *Антонец И.В., Голубев Е.А., Котов Л.Н., Калинин Ю.Е., Ситников А.В.* // ЖТФ. 2016. Т. 86. №. 3. С. 98–105.

4. *Калинин Ю.Е., Пономаренко А.Т., Ситников А.В., Стогней О.В.* // Физика и химия обработки материалов. 2001. № 5. С. 14–20.

Морфологические особенности высокопористых металоорганических композитов с алюминием

Н.М. Антонова[1], А.П. Бабичев[2], В.С. Березовский[1], А.С. Шаржуков[1], Е.В. Андреев[1]

1 Каменский институт (филиал) ЮРГПУ(НПИ) им. М.И. Платова, 347800, г. Каменск-Шахтинский, Ростовской обл., проспект Карла-Маркса, 23
2 Донской государственный технический университет, 344000, Россия, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1

Композиты с высокопористой структурой востребованы как фильтры, подложки для высадки катализаторов, антифрикционные материалы. В настоящей работе методами растровой микроскопии исследованы морфологические особенности ячеистых пленочных материалов, полученных из водных суспензий полимера натрий – карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ) с порошком алюминия при добавлении наноразмерных частиц бемита – AlO(OH). Способ получения бемита описан в работах [1-2]. Образцы формировали на фторопластовых подложках при температуре 55 °С. В настоящей работе показано, что образование ячеек-пор происходит в результате самоорганизации композиционной системы, а размеры формируемых ячеек зависят от количества добавляемого бемита. На рис. 1 приведено изображение сформированной пленки с ячейками – порами при содержании бемита в составе не менее 2 % (VEGA II LMU). Поверхностная пористость пленки достигает около 60 %.

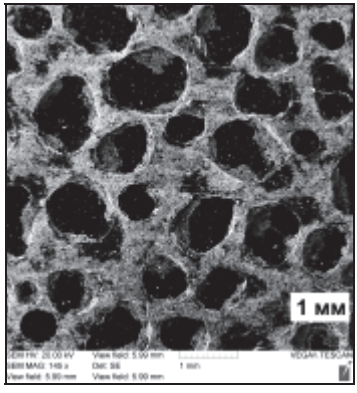


Рис. 1. РЭМ – изображение пленки из Na-КМЦ+Al+AlO(OH)

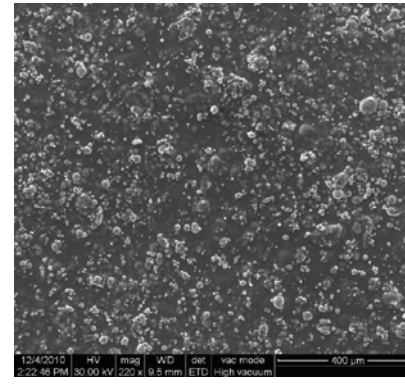


Рис. 2. РЭМ – изображение пленки из Na-КМЦ+Al

При отсутствии в композиции наноразмерного бемита формируется пленка с относительно низкой общей поверхностной пористостью – 0,8 %, изображение приведено на рис.2 (Quanta 200) Поверхностная пористость исследовалась с помощью программного обеспечения «Morphology» (фирмы Tescan).

Результаты РФА и ИК - спектроскопии свидетельствуют, что химический состав композиции в процессе формирования ячеистых структур не меняется, а причиной формирования пор - ячеек является избыточная энергия, обусловленная вкладом развитой поверхности наноразмерного бемита [3-4].

Проведенные расчеты показали, что наименьшее значение выборочной энтропии Шеннона для формируемых пористых материалов коррелирует со скачкообразным увеличением поверхностного натяжения суспензий и определяет генерацию наиболее близких по размеру ячеек в пленке. Среднечисленный радиус ячейки составляет 400 мкм, а формирование пленок с близкими по размеру порами подтверждено методами электронной микроскопии.

1. *Antonova N. M.* World Journal of Engineering. 2014., № 11(3), pp. 209 -212.

2. *Н. М. Антонова, А. П. Бабичев.* Письма о материалах, 2013,Т. 3, 83-86.

3. *Н. М. Антонова* Наноинженерия, 2014, № 4, 3-7.

S.A. Bashkirov, V.V. Lazenka, V.F. Gremenok, and K. Bente. J. Adv. Microsc. Res., 2011, 6, 153-158.

4. *Н. М. Антонова, О. С. Овчинников, А. П. Бабичев.* Наноинженерия, 2014, № 3, 17-22.

Микроскопическое исследование морфологии поверхности трещин эпоксидной матрицы, модифицированной полисульфоном и фурфурол-ацетоновой смолой

Д.В. Багров[1], Н.А. Горощенко[2], В.И. Солодилов[3], И.В. Бессонов[4]

1. Биологический факультет МГУ, 119234, г. Москва, Ленинские горы, д1, стр. 12
2 Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, 119571, Москва, проспект Вернадского, 86
3. Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, 119991, г. Москва ул. Косыгина 4
4. МВТУ им. Н.Э. Баумана «Композиты России», 105005, г. Москва, Бауманская, 5

Эпоксидные смолы характеризуются хорошей технологичностью, а после отверждения — высокой прочностью, химической стойкостью и низкой усадкой. Во многих случаях требуются эпоксидные матрицы с повышенной трещиностойкостью. Обычно для ее увеличения эпоксидные смолы модифицируют термопластами и активными разбавителями. Добавление модификаторов приводят к изменениям всего комплекса физико-механических свойств эпоксидных композиций. При этом изменяются механизмы разрушения материала, которые определяют их устойчивость к образованию трещин. В работе изучены трещиностойкость модифицированных эпоксидных матриц и морфология поверхности трещин. Трещиностойкость матриц измерена методом раскалывания двухконсольной балки. После раскалывания образцов поверхность разрушения исследовали с помощью СЭМ.

Основной компонент матриц - эпоксидная смола LY-556, которую отверждали триэтаноламинтитанатом. Его вводили 10% от массы эпоксидного олигомера. В качестве модификаторов использовали полисульфон ПСК-1 (10 и 20 мас. %) и фурфурол-ацетоновую смолу (10, 15 и 20 мас. %).

Введение в эпоксидную матрицу фурфурол-ацетоновой смолы не повышает устойчивость матрицы к растрескиванию. Следует отметить большой пробег трещин в этих образцах после достижения критической нагрузки. Хрупкое разрушение образцов сопровождается микропластической деформацией. Об этом свидетельствует наличие тяжей и полос сброса на краях ступеней. На образцах, содержащих различное количество фурфурол-ацетоновой смолы, наиболее разветвленная «ручьистая» структура соответствует образцу, содержащему 15% модификатора (размер ручьистой области составляет 500 мкм и более). На образце, содержащем 10% фурфурол-ацетоновой смолы, наблюдаются тяжи длиной 1,7±0,4 мкм шириной 0,4±0,1 мкм, свидетельствующие о микропластичном характере разрушения образца.

Модифицирование эпоксидной матрицы ПСК-1 может существенно повышать трещиностойкость (в 2-3 раза, в зависимости от концентрации). Исследование морфологии поверхности трещин показало, что в процессе отверждения происходит фазовый распад системы. Форма и состав фаз зависит от концентрации ПСК-1. На образце, содержащем 10% ПСК-1, имеются две области. Первая область соответствует непрерывной фазе, обогащенной эпоксидной смолой, вторая – непрерывной фазе, обогащенной полисульфоном (область «инверсии фаз»). Ручьистая морфология трещин в непрерывной фазе, обогащенной эпоксидной смолой, соответствует структурам на контрольном образце, не содержащем модификаторов. В этой фазе видны трещины с длиной до 180 мкм, зарождающиеся на границе двух фаз. Также присутствуют тяжи длиной 3,2±0,5 мкм шириной 0,8±0,1мкм. В области обращения фаз видимая линия остановки трещины отсутствует. Возможно, это связано с высокой деформативностью «фазы полисульфона». Трещиностойкость образца составляет 0,67±0,08 кДж/м^2. На образце, содержащем 20% полисульфона, имеются сферические включения диаметром 2,0±0,3 мкм, обогащенные эпоксидным полимером и дисперсионная среда, обогащенная полисульфоном. Морфология поверхности трещины не позволяет сделать однозначный вывод о характере разрушения, происходящем на микроуровне. Трещиностойкость составляет 1,2±0,2 кДж/м^2, что значительно (в 3 раза) выше трещиностойкости немодифицированного образца.

Таким образом, ручьистая структура фронта трещины характерна для хрупкого разрушения эпоксидных матриц, модифицированных фурановой смолой. В то же время, тяжи и полосы сброса указывают на микропластичное разрушение таких композиций. На образцах, содержащих полисульфон, наблюдается фазовое разделение. При концентрации ПСК-1 выше 10 % происходит «инверсия фаз». В этом случае структура полимера представляет собой характерные сферические включения, обогащенные эпоксидным полимером, распределенные в протяженной фазе, обогащенной полисульфоном. Линию остановки трещины для такой структуры наблюдать не удалось. Для структуры типа «инверсия фаз» характерен наибольший рост трещиностойкости, вероятно связанный с высокой реализацией микропластичности непрерывной фазы, обогащенной ПСК-1.

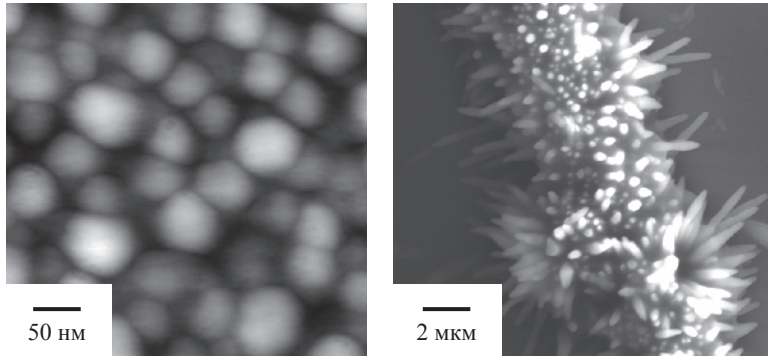
Исследование структуры пленок фуллерита C_{60} методами атомно-силовой и растровой электронной микроскопии

Л.В. Баран

Белорусский государственный университет,
220030, г. Минск, пр. Независимости 4, Беларусь

В конденсированном состоянии при комнатной температуре фуллерены C_{60} образуют кристаллическую фазу (фуллерит) с гранецентрированной кубической или гексагональной плотноупакованной решеткой. Структура фуллеритовых пленок определяется технологическими параметрами напыления, включая степень вакуума, скорость сублимации, расстояние от испарителя до подложкодержателя, а также типом и температурой нагрева подложки, на которую наносится пленка. Для практического применения важна временная стабильность свойств полученных пленок, которая во многом определяется стабильностью структуры.

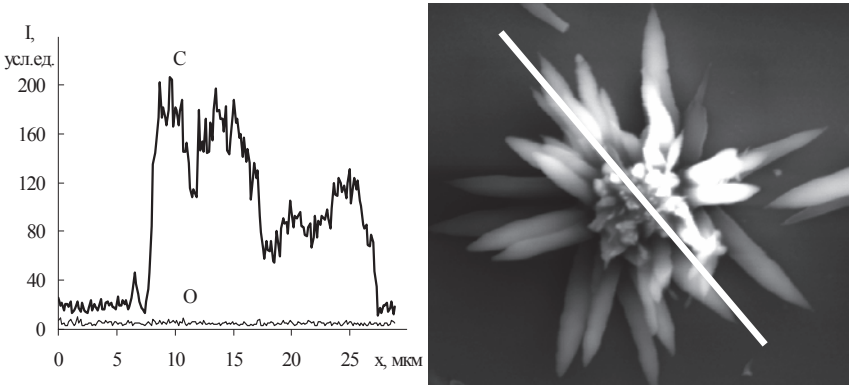
В настоящей работе методами атомно-силовой (микроскоп Solver P47 Pro) и растровой электронной микроскопии (микроскоп LEO 1455 VP) исследовано изменение структуры пленок фуллерита, полученных методом термического напыления в вакууме на подложках из окисленного монокристаллического кремния с ориентацией поверхности (111), при хранении на воздухе. При конденсации на неподогреваемые подложки формируется однородная гранулированная структура пленок фуллерита со средним размером гранул 80 нм (рис. 1*а*).



а) *б)*

Рис. 1. Структура пленок фуллерита: *а)* АСМ свежесконденсированных пленок; *б)* РЭМ пленок после хранения в течение 30 месяцев

Пленки хранились на воздухе в эксикаторах. Через 30 месяцев после получения на поверхности пленок обнаружены лепестковые кристаллы (рис. 1*б*). Методом рентгеноспектрального микроанализа при сканировании пленок электронным лучом вдоль выделенной линии выявлено, что кристаллы содержат только углерод (рис. 2).



а) *б)*

Рис. 2. Распределение элементов (*а*), полученное методом рентгеноспектрального микроанализа, при сканировании электронным лучом вдоль выделенной линии (*б*) пленок фуллерита после хранения на воздухе

Известно, что самопроизвольный рост нитевидных кристаллов можно объяснить диффузионно-дислокационной моделью, суть которой заключается в следующем: вдоль оси кристалла проходит винтовая дислокация, которая создает на торце незарастающую ступеньку и тем самым обеспечивает непрерывный, почти безбарьерный рост. Образование лепестковых кристаллов может быть вызвано спиральными источниками, выходящими на две взаимно перпендикулярные поверхности. Лепестковые кристаллы развиваются либо путем зарастания перемычек между соседними параллельными нитевидными кристаллами, либо путем расширения призматических граней в противоположные стороны. Источником энергии являются внутренние механические напряжения, которые возникают в пленках C_{60} при напылении из-за несоответствия параметров решетки контактирующих материалов пленки и подложки, различия коэффициентов температурного расширения, структурных дефектов.

Фуллерит C_{60} является кристаллом с низкой температурой сублимации (650 К), поэтому самопроизвольный рост нитевидных кристаллов фуллерита возможен при комнатной температуре.

Влияние ионного облучения на структуру никелевых нанопроволок

С.А. Бедин[1, 2, 3], В.В. Овчинников[1], Н.Н. Герасименко[4], Д.Л. Загорский[3]

[1]Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106;
[2]Московский педагогический государственный университет, г. Москва, ул. М. Пироговская, д.1, стр.1;
[3]Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Ленинский проспект,59;
[4]Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1

Нанопроволки (НП) из магнитных материалов в последнее время привлекают большой интерес исследователей. Связано это с возможностью создания на их основе устройств с высокой плотностью магнитной записи, сенсоров, наноразмерных магнитных элементов и т.п. Эти структуры давно и успешно синтезируются, однако, несмотря на это, особенности их получения и сами получаемые НП изучены недостаточно. В частности, практически нет работ по исследованию влияния радиационных повреждений на стабильность и магнитные свойства таких НП.

В настоящей работе были получены никелевые НП. Использовался традиционный метод матричного синтеза с использованием в качестве матрицы промышленных трековых мембран (производства ОИЯИ, г.Дубна). Детально процесс получения рассмотрен в работе [1].

Полученные массивы НП были отделены от полимерной матрицы и исследованы методом растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа.

После предварительного анализа никелевые НП были затем облучены ионами аргона с энергией E=10 кэВ и плотности тока j=300 мкА/см^2 и флюенсом 10^{16} - 10^{17}. Облученные НП повторно изучались методами электронной микроскопии. Все микроскопические исследования проводились на микроскопе QUANTA 200 3D с приставкой для микроанализа (EDAX-Genesis) (ускоряющее напряжение до 20 кВ, увеличение 2000- 6000). Пример полученных микрофотографий НП приведен на Рис. 1.

Рентгеноструктурные исследования различных типов НП проводились на приборе X'PERT PRO. В работе сравниваются данные, полученные двумя методами и обсуждаются полученные результаты.

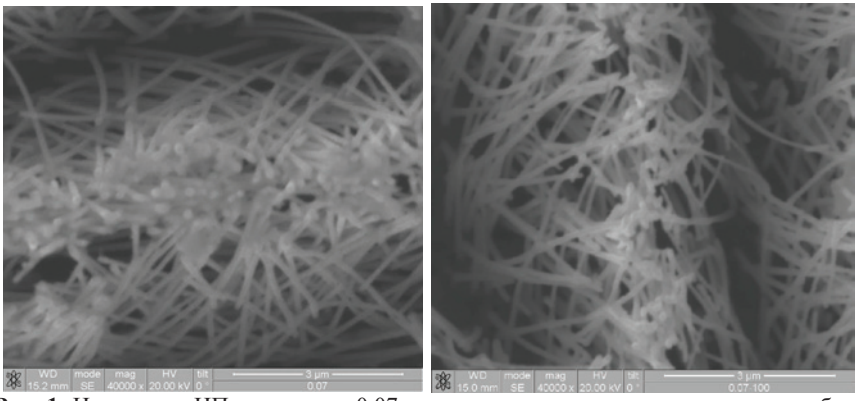


Рис. 1. Никелевые НП диаметром 0,07 нм: слева – исходные, справа – после облучения ионами аргона флюенсом $1{,}87 \cdot 10^{17}$.

Благодарности.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №15-19-10054).

Авторы благодарны сотрудникам ИК РАН Артёмову В.В. (за помощь в проведении электронномикроскопических исследований) и Сульянову С.Н. (за помощь в проведении рентгеноструктурных исследований).

1. *Бедин С. А., Рыбалко О. Г., Поляков Н. Б., Загорский Д. Л., Разумовская И. В., Бондаренко Г. Г., Олейников В. А.* «Металлические микро- и нанопроволоки, получение методом матричного синтеза и их применение в масс-спектрометрии». // Перспективные материалы. №1, 2010 г, С. 98-104.

Рост углеродных образований на поверхности металлических полевых электронных эмиттеров

Д.П. Бернацкий, В.Г. Павлов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

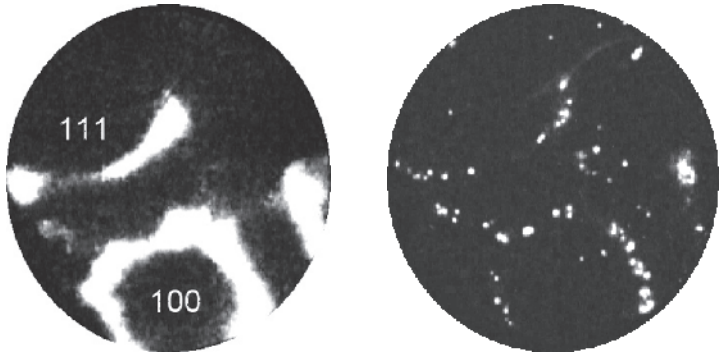
Полевые электронные эмиттеры из углерода обладает устойчивостью по отношению к таким факторам, влияющих на стабильность эмиттера, как адсорбция газов, ионная бомбардировка, изменение формы за счет поверхностной самодиффузии. К недостаткам углеродных эмиттеров можно отнести большие трудности в их изготовлении по сравнению с металлическими эмиттерами. Изучение роста различных форм углерода на поверхности металлических полевых эмиттеров представляет важную задачу с точки зрения исследования возможности совместить достоинства технологии металлических эмиттеров с достоинствами эксплуатационных свойств углеродных эмиттеров. Для этого с помощью методов полевой электронной и полевой десорбционной микроскопий изучены форма и структура углеродных образований, вырастающих на иридиевом острие, а также характеристики полевой эмиссии электронов и ионов модифицированного таким образом эмиттера. Иридий выбран потому, что он практически не растворяет углерод и не образует карбидов. Эти его свойства позволяют выделить и исследовать один механизм образования углеродных структур – разложение органических молекул на поверхности металла. Углеродное покрытие создавалось пиролизом бензола [1] на поверхности иридиевого эмиттера при давлении бензола $10^{-5} \div 10^{-6}$ Torr и температуре эмиттера 1200÷1700 К.

Исследование проводилось в полевом эмиссионном микроскопе с детектором, состоящим из двух микроканальных пластин диаметром 56 mm и люминесцентного экрана. Использовались методики полевой электронной и полевой десорбционной микроскопии непрерывного режима [2] со щелочными металлами в качестве изображающего вещества.

В зависимости от температуры эмиттера и экспозиции в парах бензола на поверхности образуются различные углеродные структуры: отдельные атомы углерода и их скопления, монослойный графен на плотно упакованных плоскостях или кристаллические графитовые образования.

На рис.1 приведены примеры полевого электронного (а) и десорбционного (б) изображений иридиевого острия непосредственно после пиролиза паров бензола. На экране помещается только часть эмиссионного изображения поверхности эмиттера. Повороты эмиттера показывают, что на полном изображении исходного иридиевого острия присутствуют центральная грань (100) и четыре симметрично расположенных грани (111).

Особенности изображений аналогичны изображениям так называемого «ребристого кристалла», который образуется при карбидизации металлического острия. Вершина острия из близкой к полусфере формы превратилась в многогранник с острыми ребрами. Плоскости, образующие грани многогранника, соответствуют плотноупакованным плоскостям (001) и (111) исходного иридиевого кристалла.



а) *б)*

Рис. 1. Полевое электронные (а) и десорбционное (б) изображения «ребристого» кристалла графита на иридии. Обозначены кристаллографические грани иридия.

Эмиссия электронов и ионов происходит с острых ребер, образованных пересечением плотноупакованных граней. Ребра изображаются на полевых электронных и ионных картинах в виде светлых полос. На ребрах происходит усиление локального электрического поля. Этот факт подтверждается изменениями вольтамперных характеристик Фаулера-Нордгейма.

Образовавшееся на поверхности эмиттера углеродное покрытие является графитом. В пользу этого говорит явление интеркаляции атомов щелочных металлов. После напыления щелочных металлов (Na, K, Cs) и последующего удаления их с поверхности нагреванием эмиттера эмиссионное изображение и вольтамперные характеристик полевой электронной эмиссии возвращаются к состояниям до напыления, что говорит об отсутствии щелочного металла на поверхности. Однако, щелочной металл оставался в объеме углеродного покрытия, что проявлялось при полевой десорбции.

Таким образом, в отличие от плоских поверхностей [1] острийный эмиттер можно покрывать как монослойным графеном, так и графитом.

1. *E.V. Rut'kov, N.R. Gall.* In: Physics and Applications of Graphene — Experiments. Ed. S. Mikhailov. Intech OpenAccess Publisher, Rijeca−L. (2011).P. 209.

2. *Д.П. Бернацкий, В.Г. Павлов.* Известия РАН. Сер. физич. 2009, 73, 713.

Диагностика фазового состава пленок ЦТС, получаемых диодным и магнетронным распылением сегнетоэлектрической мишени, по рамановским спектрам

В.Г. Бешенков, А.Г. Знаменский, А.В. Иржак, В.А. Марченко

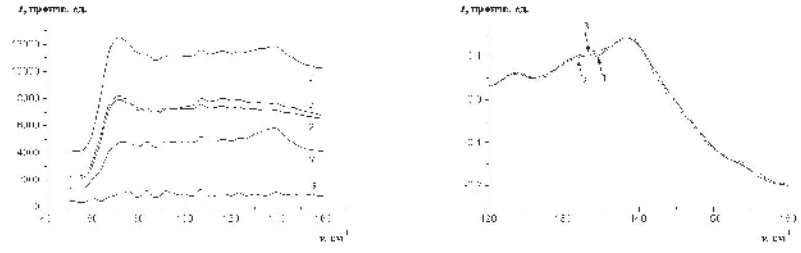
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Рамановская спектроскопия рассматривается как перспективный метод исследования фазового состава материалов. В рамановском спектре поверхности, зондируемой лазерным лучом, наблюдаются множественные пики с характеристическими значениями энергии (частоты). Эти пики естественно связать с присутствием определенной кристаллической фазы на участке поверхности материала, а их интенсивность – с содержанием этой фазы. В многослойных тонкопленочных системах наблюдаются перекрывания пиков различных фаз вследствие недостаточности пространственного разрешения метода как вдоль поверхности, так и по глубине. Разработанные ранее авторами принципы обработки перекрывающихся ожеспектров использованы в настоящей работе в качестве основания метода анализа фазового состава материалов по рамановским спектрам [1].

Как и ранее, используется представление спектров, записываемых с поверхности многофазного материала, в виде точек в многомерном векторном пространстве. Однако, в настоящей работе метод диагностики фазового состава существенно модифицирован на этапе выбора спектрального диапазона, по которому осуществляется диагностика. Рассматриваются участки главных компонент сформированного набора спектров, для которых наблюдаются наибольшие изменения друг относительно друга. То есть, по сути метод главных компонент используется в двойственной постановке [2], но связь со шкалой энергий (частот) не утрачивается. Это обеспечивает не только экономную запись исходных данных при сокращенной размерности 2 или 3, но и гарантирует минимизацию наблюдаемых искажений в спектрах, в частности обусловленных механическими напряжениями в пленках.

Объектами исследования служили пленки ЦТС (PZT), полученные диодным и магнетронным ВЧ-распылением сегнетоэлектрической мишени в атмосфере аргона и кислорода. В качестве подложек были использованы пластины кремния с нанесенными подслоями фианита и нижнего иридиевого электрода. Осаждение пленок ЦТС проводилось при температуре подложки 600 ºС. По данным рентгеноструктурных исследований пленки ЦТС представляли собой смеси кристаллических фаз перовскита и пирохлора. Пленки эталонов перовскита были получены распылением этой же керами-

ческой мишени в атмосфере аргона без добавления кислорода, а пирохлора – в атмосфере аргона и кислорода [3]. По результатам рамановского исследования определено содержание фаз перовскита и пирохлора в растущих пленках ЦТС (см. рисунок 1).



а) *б)*

Рис. 1. Рамановские спектры до и после обработки: а) исходные рамановские спектры пленок ЦТС; б) исходный спектр одной из пленок ЦТС (1), его проекции в пространство главных компонент (2) и пространство, натянутое на эталонные спектры фаз перовскита, пирохлора, нижнего иридиевого электрода (3). Концентрации фаз перовскита и пирохлора в рассматриваемой пленке соотносятся как 0.33 : 0.67.

Несмотря на наблюдаемые на рисунке различия в исходном спектре и спектрах проекций, концентрации фаз, полученные методами множественной линейной регрессии и главных компонент, совпадают в пределах величин 0.01-0.02. Другие спектральные диапазоны оказались неинформативными в различении фаз перовскита и пирохлора.

1. *Бешенков В.Г., Вяткин А.Ф., Знаменский А.Г., Марченко В.А.* Поверхность, 2008, № 1, 28-37.

2. Справочник по прикладной статистике. Т. 2 (Пер. с англ.) / Под ред. Э. Лойд и др. М.: Финансы и статистика, 1990. 526 с.

3. *Бешенков В.Г., Бурлаков А.А., Знаменский А.Г., Марченко В.А.* Письма в ЖТФ, 2014, том 40, вып. 15, 30-37.

Воздействие ионных пучков и термообработок на морфологию и структуру индивидуальных МУНТ и их ансамблей

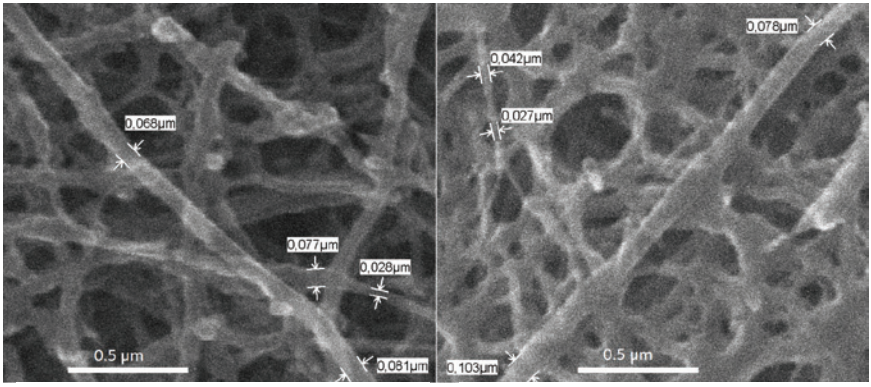
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, В.Е. Кан, Е.В. Князев, С.Н. Поворознюк, Ю.А. Стенькин

Омский научный центр СО РАН. 644024, г. Омск, пр. К. Маркса, 15

Развитая поверхность многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) и их ансамблей делает их перспективными для применения в газовой сенсорике.

В настоящей работе исследовались изменения морфологии ансамблей МУНТ, происходящие в результате облучения ионами средних энергий и последующих термообработок. Слои МУНТ синтезировались методом CVD, в качестве прекурсора использовался ацетонитрил, катализатором служили частицы железа, образующиеся в результате разложения ферроцена. Полученные этим методом МУНТ ориентированы нормально к ростовой подложке [1]. С целью повышения однородности ионного облучения, МУНТ диспергировались в этаноле и из суспензии наносились на поверхность окисленного монокристаллического кремния. Облучение производилось ионами аргона (энергия E=15 кэВ, доза $D=1\cdot10^{16}$ $см^{-2}$). Термоотжиги производились в атмосфере аргона. Морфология слоев МУНТ исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) JEOL JSM-6610 LV.

По данным РЭМ, исходные ансамбли МУНТ состояли из нанотрубок с диаметрами 20-100 нм. Поверхность нанотрубок гладкая. На РЭМ изображениях МУНТ, облученных ионами аргона, наблюдаются сужения нанотрубок более чем в 2 раза, кроме того, видны спайки трубок между собой. После отжига облученных образцов в атмосфере Ar при температуре 900 ^{o}C в течение 30 минут наблюдается значительное увеличение количества спаек, благодаря которым трубки объединяются в распределенную сеть. При этом на образцы, которые не подвергались ионному облучению, аналогичная термообработка не оказывала такого воздействия. Вероятно, это объясняется значительной концентрацией структурных дефектов в нанотрубках после облучения. При термоотжигах в местах пересечения дефектных нанотрубок происходит образование единого образования - спайки. Таким образом, комбинация ионного облучения и термообработок при 900 ^{o}C в инертной атмосфере приводит к существенному изменению морфологии ансамблей индивидуальных МУНТ и перестройке их в макроскопическую структуру с развитой поверхностью.



а) б)

Рис. 1. РЭМ изображения ансамблей МУНТ: а) после облучения ионами Ar^+, б) после облучения ионами Ar^+ и последующего отжига при температуре 900 °С в инертной атмосфере.

Работа выполнена при частичной поддержке грантов РФФИ № 16-08-00763 А, РФФИ № 15-42-04308 р_сибирь_а.

1. *В.В. Болотов, В.Е. Кан, М.Ю. Бирюков, Е.В. Князев, Р.В. Шелягин, Ю.А. Стенькин.* Природа низкочастотной полосы в спектрах комбинационного рассеяния света многостенных углеродных нанотрубок, синтезированных методом CVD. Физика твердого тела, 2013, том 55, вып. 7. 1360-1363.

Рост пленок InN на подложках фианита методом MOCVD при пульсирующей подаче TMIn

Ю.Н. Бузынин[1,3], О.И. Хрыкин[1], Е.В. Скороходов[1] А.Н. Бузынин[2], М.Н. Дроздов[1,3], П.А. Юнин[1,3]

[1]*Институт Физики Микроструктур Российской академии наук, Нижний Новгород*
[2]*Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук, г. Москва*
[3]*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского*

Гетероэпитаксиальные пленки InN привлекают огромный интерес из-за возможности практического использования в опто- и микроэлектронике [1]. Однако структурно совершенные и однородные пленки InN трудно получить из-за теплового разложения и фазового распада материала, а также большого рассогласования параметров InN и используемых подложек. Недавно для выращивания InN были использованы подложки YSZ (фианита) [2,3]. Для фианита рассогласование с InN составляет всего 2,5% в отличие от 25% для традиционного сапфира. Повышению качества пленок InN способствуют ростовые режимы, известные как эпитаксия с повышенной миграцией (migration enhanced epitaxy, MEE).

В работе рост пленок InN проводили методом LP-MOCVD, в том числе с использованием пульсирующей подачи TMIn, как разновидностью метода MEE. Источниками In и N были триметилиндий и аммиак. Газом носителем служил азот. Рост проводили на подложках фианита (111), сапфира (0001) и темплейтах GaN/Al_2O_3(0001). Качество пленок оценивали методами зондовых измерений, электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и фотолюминесценции. Рассмотрено влияние условий роста на формирование кластеров In в слоях InN. Установлено, что при получении слоев в галлий-обогащенных условиях в них присутствуют кластеры In, которые формируют трехдоменную систему, видимо связанную с гексагональной симметрией InN. При росте в азот-обогащенных условиях получены монокристаллические пленки InN с поверхностью свободной от капелек In. При исследовании методом рентгеновской дифракции включения In в таких пленках не обнаружены и в объеме материала (рис.1).

SIMS и XRD анализ пленок InN, полученных на темплейтах GaN/Al_2O_3, показал существование слоя $In_xGa_{1-x}N$ на границе с GaN. Слой InGaN имеет толщину до 50 нм и неоднороден по составу. Это подтверждает и рентгеновский анализ по данным о ширине и интенсивности пика. Показано, что применение подложек фианита вместо сапфира и темплейтов GaN/Al_2O_3 позволяет существенно улучшить структурное совершенство и фотолюминесцентные свойства пленок InN.

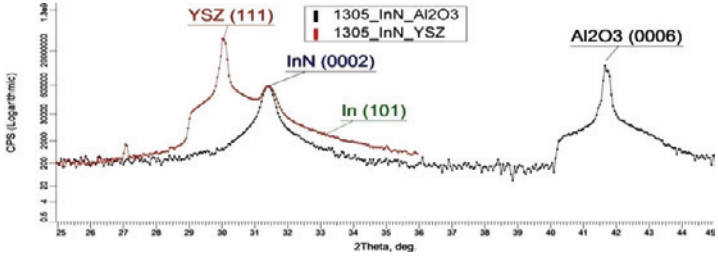
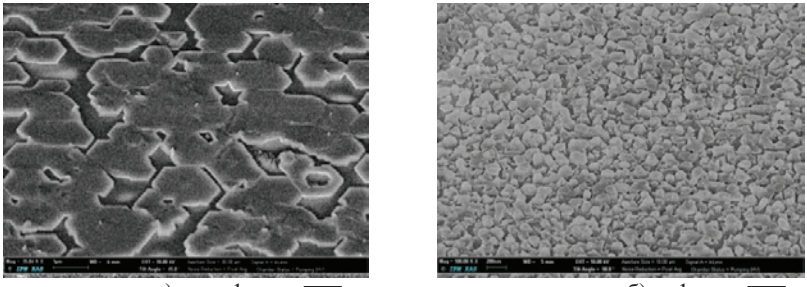


Рис. 1. XRD спектры $\theta/2\theta$ сканирования пленок InN на подложках Al_2O_3 и фианита.



а) 1 мкм б) 1 мкм

Рис. 2. СЭМ изображение поверхности пленок InN на подложках YSZ(111) на стадии образования сплошного слоя при пульсирующем (a) и непрерывном (b) потоке TMIn.

Эффект объясняется тем, что пульсирующая подача TMIn создает слой In на начальной стадии роста, обеспечивающий высокую поверхностную подвижность адатомов и быстрый переход от 3х-мерного к квазидвумерному механизму роста. В результате значительно улучшается морфология, структурное совершенство, а также фотолюминесцентные и электрофизические параметры пленок InN.

1. *Junqiao Wu*. J. Appl.Phys. 2009, 106, 011101.
2. *P.A.Anderson, C.E. Kendrick, R.J. Kinsey et al.* PSS (c), 2005, 2, N 7, 2320–2323.
3. *T.Nakamura, Y.Tokumoto, R Katayama et al*. J.of Crystal Growth, 2007, 301-302, 508-512.

Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ № 15-42-02694 «р_поволжье_а» и Программы фундаментальных исследований ОФН РАН «Физика новых материалов и структур».

Микроструктура монокристаллов $FeGe_2$, выращенных из расплава, по данным высоковольтной ПЭМ

А.Ю. Бункин, В.Ю. Колосов, Т.И. Папушина

Уральский федеральный университет им. Б.Н. Ельцина, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, Россия

Дигерманид железа $FeGe_2$ представляет собой многоосный антиферромагнетик, магнитные свойства которого до настоящего времени представляют интерес (в частности, [1-3]). Сведения об аттестации изученных в этих работах образцов достаточно скромны. Металлографические исследования массивных монокристаллов в свое время проводились (например, [4]), однако тонкая структура до настоящего времени не изучалась. Поскольку дефекты кристаллического строения несомненно могут влиять на результаты исследования физических свойств материалов, целью настоящей работы было изучение основных типов микродефектов в кристаллах $FeGe_2$ и их связь с условиями выращивания.

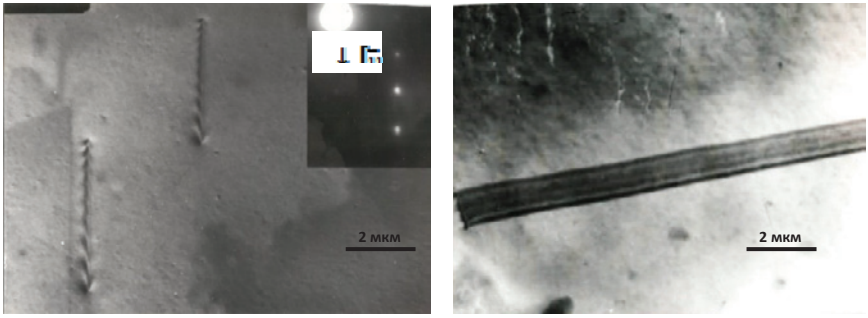
Монокристаллы выращивались в вакууме не хуже 10^{-3} Па способом Чохральского с применением резистивного нагрева при скоростях вытягивания от 0,1 до 1,2 мм/мин. Детально технология выращивания описана в работе [5]. Наиболее плотноупакованными кристаллографическими плоскостями в тетрагональной решетке этого соединения являются плоскости {110}, поэтому выращивание проводили в направлении типа [110] для обеспечения послойного механизма роста и, следовательно, максимального совершенства кристаллов. Электронномикроскопическое исследование тонких фольг было проведено на высоковольтном просвечивающем электронном микроскопе JEM-1000 в ИММ им. А.А.Байкова РАН при ускоряющем напряжении 1000 кВ.

Согласно результатам металлографического анализа, плотность дислокаций в выращенных кристаллах составляет величину порядка $7x10^3$ $см^{-3}$ и мало зависит от скорости роста. Установлено, что колебания скорости роста способствуют формированию обогащенных дислокациями слоев материала, параллельных межфазной границе кристалл – расплав.

Для приготовления фольг для ПЭМ из кристаллов вырезали тонкие пластины, параллельные и перпендикулярные оси вытягивания. После механической полировки дальнейшее утонение проводили электрохимической полировкой в растворе 80% H_3PO_4+10%CrO_3+10%H_2O при плотности тока 3-4 $А/см^2$.

Исследование утоненных фольг показало, что дислокации в большинстве своем прямолинейны и либо параллельны плоскости роста, либо наклонены к ней под небольшим углом. Сопоставление изображений с

электронограммами выявило, что проекции линий дислокаций на плоскость фольги параллельны либо направлению типа [001], либо [110]. Малоугловые границы в исследованных образцах практически отсутствовали. Определение направлений вектора Бюргерса показало, что дислокации в основном краевые. Кроме прямолинейных дислокаций, залегающих в плотноупакованных плоскостях, наиболее распространенными дефектами являются крупные дислокационные петли и дефекты упаковки (рис.1).



а) *б)*

Рис.1. Некоторые характерные дефекты в кристаллах: а) наклонные к поверхности роста прямолинейные дислокации; б) дефект упаковки

При введении в решетку малых добавок (до 0,1%) примесей замещения (Co, Sn) характер дислокационной структуры практически не изменяется, однако наблюдаются выделения на дислокациях, а также включения, представляющие собой твердый раствор примеси в матрице.

1. T. Jeong. Solid State Communications. 2007, 141, 329-331.

2. *К.Б. Власов, Р.И. Зайнуллина, М.А. Миляев, В.В. Устинов*. ЖЭТФ, 1995, 108, вып.6, 2125-2131.

3. *George A. Lungu et.al*. Materials 2013, 6, 612-625; doi:1.3390/ma6020612

4. *Т.И. Папушина, А.А. Фролов, П.В. Гельд.* Изв.АН СССР, Неорган.Материалы, 1981,17(5),823-827.

5. *A.Yu. Bunkin, A.A. Frolov.* J. Cryst. Growth 1984, 69,131-137.

О форме силицидных 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

Согласно диаграмме состояния системы вольфрам-кремний, ближайший к вольфраму силицид имеет стехиометрическую формулу W_5Si_3, который образуется конгруэнтно при 2320^0C и образует эвтектику с твёрдым раствором на основе вольфрама при 2250^0C и 21 ат. % Si. Растворимость кремния в вольфраме установлена ориентировочно и составляет 5,5 ат.% при 1800^0C, 0,97 ат.% при 1750^0C и ничтожно малую – при комнатной температуре [1]. При содержании Si в вольфраме выше предела растворимости образуются включения W_5Si_3, расположенные по границам и субграницам зёрен вольфрамовой матрицы. Они ослабляют связь между ними и инициируют хрупкое разрушение деталей и конструкций.

Для получения достоверной информации об истинных размерах и форме включений недостаточно исследовать образцы в световом оптическом микроскопе, в котором включения рассматриваются на шлифах в поперечном сечении и поэтому имеют вытянутую или округлую форму. Растровая электронная микроскопия позволяет изучить поверхность изломов образцов и установить истинную форму и размеры включений. В данной работе эта задача была решена с помощью микроскопа GSM-U3 в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 25 *квт*.

Исследовали образцы вольфрама дуговой плавки с различным содержанием кремния в интервале концентраций 1,0 – 0,001 мас. %. В оптическом световом микроскопе силициды наблюдаются в виде скоплений округлых включений, расположенных как внутри, так и по границам зёрен (рис.1,а), если содержание кремния высокое - (1,0-0,1 мас. %); или в виде отдельных включений по границам зёрен, если содержание кремния менее 0,1 мас. %. При содержании кремния в вольфраме ≤ 0,001 мас.% силициды вольфрама методом световой оптической микроскопии обнаружить невозможно.

Метод растровой электронной микроскопии позволил установить, что силициды вольфрама кристаллизуются на поверхности границ и внутри зёрен в виде хрупких состыкованных пластин толщиной 10 мкм при высоком содержании кремния (1,0 мас. %) или плёнок толщиной 5-1 мкм при содержании кремния 0,5 - 0,1 мас. % (рис.1,б, в, г, соответственно). При содержании кремния ≤0,01 мас. % силициды обнаруживаются на отдельных границах зёрен только при большом увеличении (рис.1, д – е).

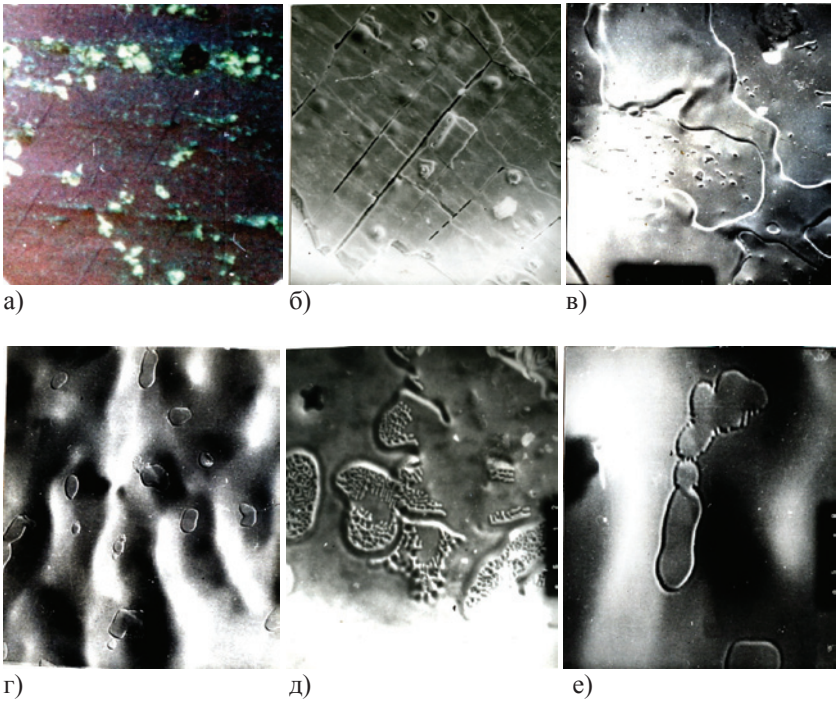


Рис. 1. Вид W_5Si_3 на поперечных шлифах литого вольфрама, с содержанием 1,0 мас. % кремния, при х100, в оптическом световом микроскопе (а) и на поверхности изломов этого же образца, при х3000, в растровом электронном микроскопе (б), а также в образцах с меньшим содержанием кремния (мас. %): 0,5, х3000 (в); 0,1, х3000 (г); 0.01, х10000 (д) и 0,001, х10000 (е) в растровом электронном микроскопе (в – е).

По своей морфологии силициды вольфрама похожи на оксиды вольфрама в литом вольфраме [2].

1. *Кочержинский Ю.А., Кулик О.Г., Шишкин Е.А., Юнко Л.М.* ДАН СССР, 1973, 212, №3, 642-643.
2. *Н.П.Лякишев, Г.С.Бурханов*. Металлические монокристаллы. (2002). С.311.

Структура, электрические и магнитные свойства пленок сплавов Гейслера $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ и Fe_2NbSn

Н.А. Виглин[1], Е.И. Патраков[1], К.А. Белозерова[1], В.В. Чистяков[1], А.А. Вишняков[2], В.В. Марченков[1,2]

1 Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, 620137 г.Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, Россия
2 Уральский федеральный университет, 620002 Екатеринбург, ул. Мира, 19, Россия

Сплавы Гейслера согласно зонным расчетам могут обеспечить 100%-ю спиновую поляризацию носителей тока и поэтому могут быть использованы в устройствах спинтроники [1]. Поскольку для таких устройств необходимы материалы в виде тонких пленок и наноструктур, то синтез, аттестация и исследование физических свойств пленок сплавов Гейслера является актуальной задачей.

Пленки сплавов Гейслера $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ и Fe_2NbSn получали методом магнетронного распыления мозаичных мишеней, составленных из пластин, имеющих форму секторов круга. Пластины изготавливались из металлов, входящих в состав сплава Гейслера. Пленки напыляли в установке Q150T SE Quorum Technologies при комнатной температуре одновременно на подложки из стекла, сапфира и полистирола. Были получены пленки толщиной 100, 150 и 200 нм.

Состав пленок и его однородность по площади определялись методом РСМА (Inspect F, EDAX). Для определения состава использовались пленки на подложках из полистирола. ZAF коррекция не проводилась. В случае отклонения состава от заданного производилась коррекция относительных площадей пластин, из которых были изготовлены мозаичные мишени.

Поверхность пленок исследовалась методами атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии (Solver NEXT, NT-MDT). Обнаружена зеренная структура пленок, сохраняющаяся после отжига (рис. 1).

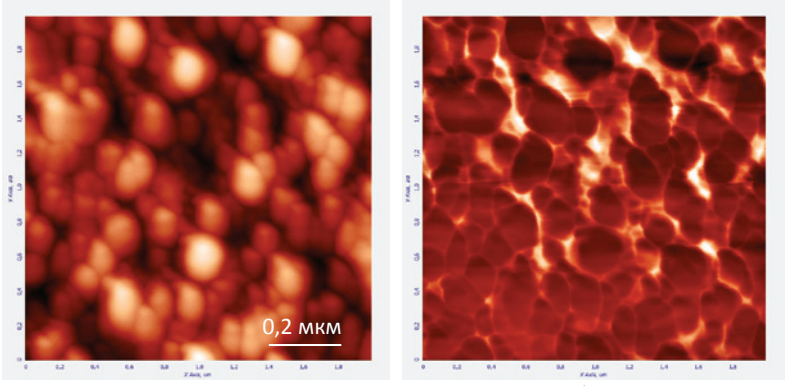
Рентгеноструктурные исследования пленок проводились с помощью рентгеновских дифрактометров ДРОН-4.0 и ДРОН-2.0 в Cu K_α и в Cr K_α излучении соответственно.

На пленках $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ до отжига не было обнаружено никаких рефлексов. После часового отжига в аргоне при 600º С появились рефлексы, позволившие вычислить параметр кристаллической решетки пленки $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ **a** = 5.8 Å. Такое значение параметра кристаллической решетки согласуется с величиной **a** = 5.81 Å, найденной для пленок такого же состава в работе [2].

Напыленные пленки Fe_2NbSn также оказались «рентгеноаморфными». Отжиг в атмосфере Ar при температуре 200º С в течение 7 часов привел к

появлению на дифрактограмме рефлекса, который соответствует отражению от плоскости (111) в элементарной кубической решетке с параметром **a** = 5.78 Å.

Намагниченность пленки $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ до отжига не достигает насыщения даже в поле 8 кЭ и составляет около 22 *emu/g*. После отжига намагниченность увеличивается (m_s = 51.4 *emu/g*) и достигает насыщения в поле 5 кЭ. Такое значение намагниченности соответствует результатам, полученным для структурированных пленок $Co_2Cr_{0.6}Fe_{0.4}Al$ в работе [2].



а б

Рис. 1. Рельеф (а) и магнитно-силовое изображение (б) пленки Fe_2NbSn (150 нм) после отжига

Измерения намагниченности пленок Fe_2NbSn до отжига показали, что эти пленки являются ферромагнетиками с величиной намагниченности насыщения при комнатной температуре m_s= 28 *emu/g*. Отжиг в атмосфере Ar при 200º C в течение 4 часов привел к увеличению намагниченности насыщения до 36,6 *emu/g*. Увеличение продолжительности отжига до 7 часов привело к еще большему сужению петли гистерезиса намагниченности, возрастанию её величины до m_s= 41 *emu/g*.

Работа выполнена в рамках государственного задания (тема «Спин», № 01201463330) при частичной поддержке Комплексной программы УрО РАН (проект № 15-17-2-12), гранта РФФИ (№ 15-02-06686) и молодежного гранта РФФИ (№ 16-32-00072).

1. *Koichiro Inomata, Naomichi Ikeda, Nobuki Tezuka et al.* Science and Technology of Advances Materials, (2008), **9**, 014101

2. *A.D. Rata, H. Braak, D.E. Bürgler et al.* Eur. Phys. J., (2006), B 52, 445–451.

Исследование локальных характеристик аморфной электротехнической стали

А.А. Вирюс[1], Т.П. Каминская[2], В.В. Коровушкин[3], Е.С. Савченко[3], М.А. Степович[4], А.И. Тихонов[5], М.Н. Шипко[5]

[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. Степана Разина, д. 26, Россия*
[5]*ФГБОУ ВПО «Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина», 153003, г. Иваново, ул. Рабфаковская, д. 34, Россия*

Микрокристаллические и аморфные магнитомягкие сплавы и стали на основе системы Fe-B-Si находят применение в качестве материалов для сердечников, трансформаторов, генераторов, реле магнитных усилителей и других электротехнических устройств. В настоящей работе методами атомной силовой и растровой электронной микроскопии, а также рентгеноспектрального микроанализа и рентгенофлуоресцентного анализа проведено изучение локальных характеристик аморфной электротехнической стали (фольги) до и после обработки слабыми (10…100 кА/м) низкочастотными (10…20 Гц) импульсами магнитного поля; методика проведения эксперимента и результаты подобных исследований некоторых других материалов достаточно подробно описаны нами ранее в [1-3]. Интегральные магнитные характеристики измерялись стандартными методами.

Результаты проведённых исследований показали, что при определенных параметрах магнитного воздействия наблюдаются изменения магнитных свойств материала при неизменной концентрации присутствующих фаз. Наиболее сильные изменения претерпевает энергия перемагничивания, определяемая по площади петли магнитного гистерезиса, коэффициент прямоугольности петли гистерезиса и остаточная намагниченность.

Наиболее информативные результаты исследований микро- и наноструктуры стальной фольги получены методом атомно-силовой микроскопии. Исследования проведены в сканирующем зондовом микроскопе «SMENA-A», платформа Solar компании НТ-МДТ, г. Зеленоград. Образцы сканировались в контактном режиме с использованием стандартного контактного кантилевера fpC-10 с резонансной частотой 151,9 кГц. Для сканирования были выбраны гладкие участки фольги размерами примерно

2×2 мкм и менее с перепадами высот, не превышающими 4-7 нм, что позволило методом латеральных сил визуализировать мелкие особенности рельефа фольги.

Оценка формы и размеров нанозёрен стальной фольги с наилучшими электротехническими характеристиками показала, что они имеют неправильную, вытянутую в одном направлении, форму, различные размеры: от 50 нм до 90 нм в одном направлении и от 70 нм до 120 нм в другом – см. рисунок. Встречаются и более мелкие зёрна размерами 10-20 нм.

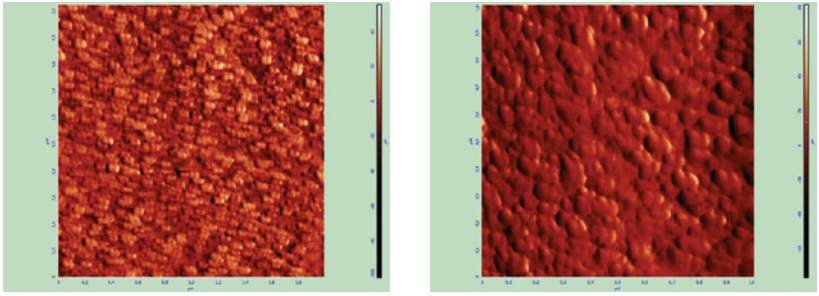


Рис. Микроструктура фольги при различном увеличении. На левом рисунке показан участок размером 2×2 мкм, на правом – 1×1 мкм.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (базовая часть государственного задания, задание № 340/2015, проект № 1416, а также проектная часть государственного задания, соглашение о предоставлении субсидии № 1457521003005 от 27 июня 2014 г.), Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-03-00515), а также РФФИ и правительства Калужской области (проект № 16-43-400231).

1. *М.Н. Шипко, М.А. Степович, Б.А. Староверов, В.Х. Костюк.* Промышленные АСУ и контроллеры, 2012, 1, 2-6.

2. *А.А. Вирюс, Т.П. Каминская, М.Н. Шипко, М.А. Степович.* ФХОМ, 2013, 2, 71-75.

3. *Т.П. Каминская, В.В. Коровушкин, В.В. Попов, М.Н. Шипко, М.А. Степович.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2014, 12, 26-30.

Исследование магнитных доменов в тонких пленках методами Лоренцевой электронной микроскопии

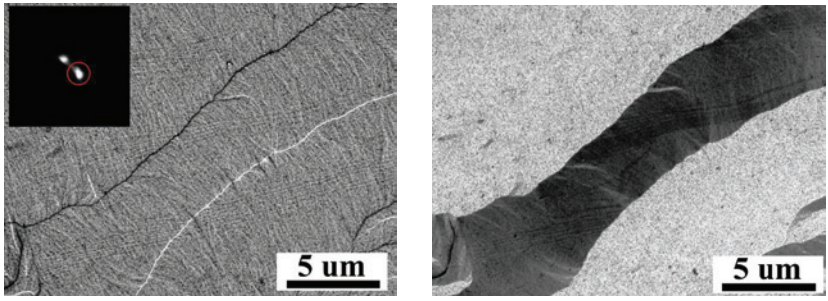
М.Н. Волочаев[1,2], Ю.Ю. Логинов[2], Л.И. Квеглис[3]

1 Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, 660036, г. Красноярск, Россия
2 Сибирский государственный аэрокосмический университет им. академика М.Ф. Решетнева, 660014, г. Красноярск, Россия
3 Сибирский федеральный университет, 660041, г. Красноярск, Россия

Среди возможностей просвечивающей электронной микроскопии особое место занимают методы Лоренцевой микроскопии, позволяющие получать прямое изображение доменной структуры магнитных материалов. На сегодняшний день существует немало работ, посвященных как исследованию магнитной структуры [1], так и методических обзоров по адаптации электронного микроскопа для Лоренцевой микроскопии [2]. Для исследования магнитной структуры обычно применяют метод дефокусировки, при котором наблюдаются доменные стенки в виде светлого и темного контраста на границах магнитных доменов. Помимо метода дефокусировки существует метод смещения апертуры (включая метод малоугловой дифракции электронов) [3], при котором наблюдаются непосредственно сами домены, в виде темных и светлых областей, а не доменные стенки.

В работе рассмотрено применение просвечивающего электронного микроскопа Hitachi HT7700 (ускоряющее напряжение до 120 кВ) для исследования магнитной структуры тонких пленок методами Лоренцевой электронной микроскопии. Описаны настройки прибора для получения изображения магнитной структуры тонких пленок и фольг. Для исследования методами Лоренцевой микроскопии выбраны тонкие магнитные пленки Fe и Ni, толщиной порядка 300 Å. Магнитная структура пленок исследовалась методами дефокусировки, малоугловой дифракции и смещения апертуры.

На рис. 1, а приведено изображение магнитных доменов в тонкой пленке Fe, полученное методом дефокусировки. Помимо основных доменных стенок отчетливо видна рябь намагниченности или "волокнистость". На вставке рис. 5, а приведена соответствующая картина малоугловой дифракции электронов, по которой легко можно определить направление намагниченности в соседних доменах, наложив на расщепленные пятна от соседних доменов пятно, соответствующее нерасщепленному рефлексу (например с пустой области). Прямой тяж между раздвоенным рефлексом означает, что доменные стенки Блоховского типа.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения магнитной структуры в тонкой пленке Fe, полученные методом дефокусировки (а), на вставке (а) приведена соответствующая картина малоугловой дифракции электронов и методом смещения апертуры (б), полученное в свете выделенного рефлекса.

На рис. 5, б приведено изображение того же участка пленки, полученное методом смещения апертуры в точном фокусе. Домен, соответствующий закрытому пучку стал темным. Внутри домена видны магнитные неоднородности.

Основное преимущество метода дефокусировки - возможность локального определения направления вектора намагниченности в плоскости пленки по направлению "волокнистости". Однако данный метод не позволяет одновременно получать магнитный контраст и сфокусированное изображение дефектов решетки. Метод малоугловой дифракции наиболее предпочтителен для определения направления намагниченности в тонких фольгах и эпитаксиальных пленках (из-за отсутствия ряби намагниченности, характерной для поликристаллических и аморфных пленок). Преимущество метода смещения апертуры заключается в получении изображения магнитных доменов и кристаллической структуры в точном фокусе. Это позволяет одновременно исследовать как магнитные домены, так и сфокусированные дефекты. Сочетание методов дефокусировки, малоугловой дифракции и смещения апертуры может дать полную информацию не только о размерах и форме магнитных доменов, а также о локальном распределении вектора намагниченности в плоскости образца, корреляции магнитны доменов и дефектов кристаллической решетки.

1. *Zentaro Akase, Shinji Aizawa, Daisuke Shindo, Parmanand Sharma, Akihiro Makino:* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (2015), 375, 10–14.

2. *A. Kohn and A. Habibi*: JEOL News, (2012), 47, 17–22.

3. *Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М.* Электронная микроскопия тонких кристаллов. М. : Мир, 1968. С. 392-416.

Морфология пористого анодного оксида алюминия по данным растровой электронной микроскопии

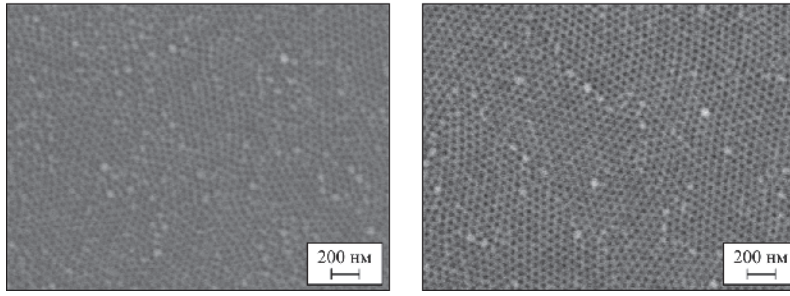
И.В. Гасенкова, И.М. Андрухович

Институт физики НАН Беларуси, 220072, г. Минск, пр. Независимости 68, Беларусь

Пористый анодный оксид алюминия представляет интерес, как перспективный материал, используемый в нано- и оптоэлектронике, а также в качестве матрицы для получения наноструктур и наноматериалов. Метод растровой электронной микроскопии позволяет исследовать морфологию анодного оксида алюминия, полученного при различных условиях.

Образцы анодного оксида были сформированы на подготовленном алюминии А99 анодированием по двухстадийной методике. В качестве электролита использовали 1М раствор серной кислоты в воде (электролит №1) и 1М раствор серной кислоты в воде и этиленгликоле (электролит №2, соотношение воды и этиленгликоля - 1:1). Напряжение процесса анодирования составляло от 11 до 25 В для электролита №1 и от 19 до 36 В для электролита №2.

Добавление к 1М раствору серной кислоты этиленгликоля, приводит к увеличению вязкости электролита. Такое изменение вязкости приводит к уменьшению плотности тока и изменению морфологии пористого анодного оксида алюминия, что подтверждается снимками (рис. 1).

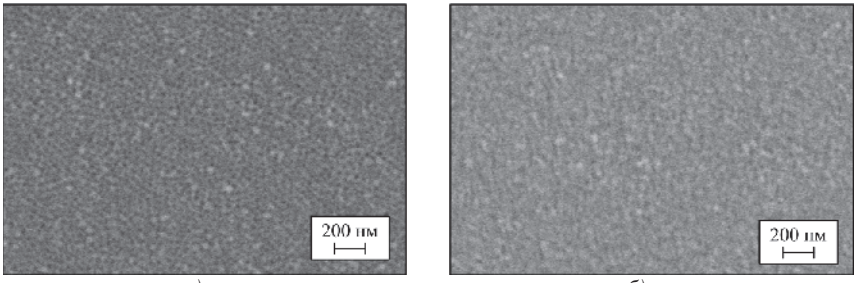


а) *б)*

Рис. 1. РЭМ изображения поверхности анодного оксида алюминия полученного при 23 В из: а) электролит №1; б) электролит №2.

РЭМ-изображения поверхности анодного оксида алюминия показали, что уменьшение напряжения анодирования от 17В для электролита №1 и от 19 В для электролита №2 ухудшает степень упорядочения пор (рис.2). При

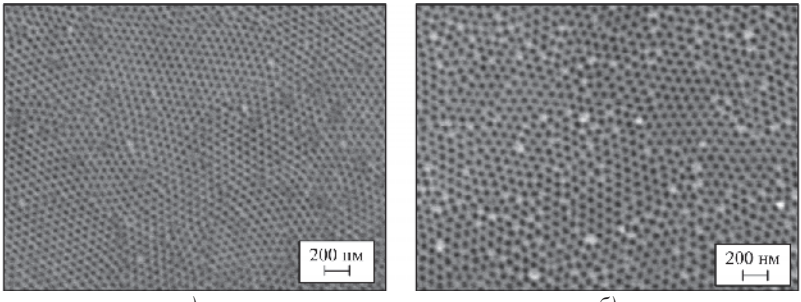
увеличении напряжения анодирования на снимках наблюдаются области упорядочения размером 1,5 мкм.



а) *б)*

Рис. 2. Изображения морфологии поверхности анодного оксида алюминия полученного: а) при 19 В в электролите №2; б) при 17 В в электролите №1.

Добавление этиленгликоля позволяет увеличить напряжение формирования оксида. Так как размер межпорового расстояния пропорционален напряжению (рис. 3), возможно получение анодного оксида алюминия с большим размером пор в умеренных режимах анодирования.



а) *б)*

Рис. 3. РЭМ изображения поверхности анодного оксида алюминия полученного из электролита, содержащего этиленгликоль, при напряжении анодирования: а) 29 В; б) 36 В.

Размер межпорового расстояния для анодного оксида алюминия, полученного из электролита №1 при напряжении формирования 24 В составляет 55 нм, из электролита №2 при 36 В – 85 нм. Формировании оксида алюминия при напряжении 19 В позволяет получать упорядоченный пористый оксид алюминия с диаметром пор порядка 10 нм, что дает возможность использовать оксид для наблюдения квантовых эффектов.

О возможности приложения аппарата Берса к моделированию процессов тепломассопереноса, обусловленного низкоэнергетическими электронами, в планарной многослойной среде

Ю.А. Гладышев, В.В. Калманович, М.А. Степович

Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, Калужская область, г. Калуга, ул. Степана Разина, д.26

Для количественного описания диффузии неосновных носителей заряда (ННЗ), генерированных электронным пучком в полупроводниковой мишени, может использоваться т.н. модель независимых источников, в которой сначала рассматривается диффузия ННЗ, генерированных в каждом отдельном микрообъеме полупроводника, а результирующее распределение ННЗ находится суммированием полученных распределений от каждого из микрообъемов. Такой подход позволяет находить распределения ННЗ как в однородных, так и в планарных многослойных полупроводниках, однако для многослойных структур при стандартном подходе [1, 2] даже при небольшом числе слоёв для расчётов приходится использовать довольно громоздкие выражения. По этой причине в настоящее время имеются решения только для двухслойной [1] и трёхслойной [2] мишеней.

В настоящей работе для проведения аналитических расчётов предлагается использовать матричный метод, позволяющий сравнительно несложно проводить расчёты для произвольного числа слоёв. Метод основан на применении аппарата обобщенных степеней Берса [3] и сводится к последовательному умножению функциональных матриц слоёв, компоненты которых в каждой точке определяются физическими и геометрическими параметрами соответствующего слоя. Возможности использования такого подхода для аналитического построения решений для неоднородного стационарного уравнения задачи тепломассопереноса показаны в работе [4], в которой рассмотрены решения задачи Коши и первой краевой задачи. Возможность применения этого метода к расчетам для стационарной задачи теплопроводности рассмотрена в работе [5], расчеты проводились для 5 слоев с произвольно взятыми параметрами. Показано, что основным достоинством этого метода может быть возможность его применения к большому числу слоев.

В настоящей работе показана возможность использования аппарата Берса для решения следующего уравнения диффузии

$$D\frac{d^2\Delta p(z,z_0)}{dz^2}-\frac{\Delta p(z,z_0)}{\tau}=-\rho(z)\delta(z-z_0)$$

с граничными условиями

$$D\left.\frac{d\Delta p(z,z_0)}{dz}\right|_{z=0} = v_s\Delta p(0,z_0)\ ,\ \Delta p(\infty,z_0)=0\ .$$

Здесь D, τ и v_s – коэффициент диффузии, время жизни и скорость поверхностной рекомбинации ННЗ соответственно, $\delta(z-z_0)$ – дельта-функция, $\rho(z)$ – число ННЗ, генерируемых вследствие внешнего воздействия в единицу времени в тонком слое мишени на глубине z. Значения $\rho(z)$ могут быть определены из соотношения для плотности энергии $\rho^*(z)$, выделяемой в этом слое мишени в единицу времени (делением $\rho^*(z)$ на энергию образования электронно-дырочной пары). Предлагаемый метод ранее не применялся для граничных условий этого типа. Расчеты проводились так же, как и в работе [1], для двуслойной структуры «эпитаксиальная пленка GaAs-монокристаллическая подложка GaAs» с разным уровнем легирования примесью, что обеспечивает различное значение электрофизичеких параметров в каждом слое. Значения параметров были взяты такие же, как и в [1]. Результаты расчетов новым методом соответствуют результатам, полученным ранее.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (базовая часть государственного задания, задание № 340/2015, проект № 1416), а также Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. *М.А. Степович, М.Г. Снопова, А.Г. Хохлов.* Прикладная физика, 2004, 3, 61-65.

2. *М.Г. Снопова, И.В. Бурылова, В.И. Петров, М.А. Степович.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2007, 7, 1-6.

3. *Ю.А. Гладышев*. Метод обобщённых степеней Берса и его приложения в математической физике. Калуга: КГУ им. К.Э. Циолковского, 2011, 204 с.

4. *В.В. Калманович*. Современные методы прикладной математики, теории управления и компьютерных технологий: Сборник трудов VIII международной конференции. Воронеж, Научная книга, 2015, 166-169.

5. *В.В. Калманович, М.А. Степович*. Теория приближений функций и родственные задачи анализа: Материалы международной научной конференции, посвященной памяти доктора физико-математических наук, профессора П.П. Коровкина. Калуга: КГУ им. К.Э. Циолковского, 2015, 44-45.

Электронная микроскопия нанопроволок висмута, выращенных методом термического испарения в вакууме

В.М. Грабов, Е.В. Демидов, Д.М. Долгинцев, Н.С. Каблукова,
В.А. Комаров, А.Н. Крушельницкий, В.П. Пронин, М.В. Старицын

Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена, 191186, г. Санкт-Петербург, Россия.

В последние десятилетия широко исследуются низкоразмерные наноматериалы, которые представляют собой новый класс современных материалов с уникальными физическими и химическими свойствами. Среди наноматериалов для научных исследований и нанотехнологических применений особое место занимают нанопроволоки [1]. В частности, большой интерес представляют нанопроволоки висмута [2] благодаря уникальным магнитным, электрическим и тепловым свойствам: исключительно низкой магнитной восприимчивости и низкой теплопроводности, малой эффективной массе, большой длине свободного пробега и большой подвижности носителей заряда. Прогресс в исследовании свойств нанопроволок Bi существенным образом определяется способами их выращивания.

Авторами разработан и апробирован способ получения массива нанопроволок (вискеров) висмута методом термического испарения в вакууме.

Вещество для испарения представляло собой кусочки кристалла висмута. В качестве материала подложки использовалась слюда (мусковит).

С целью оптимизации условий получения вискеров параметры режима термического испарения варьировались в широком интервале: температура подложки (от 20 до 270 °С,), скорость испарения (от 0,1 до 10 нм/с), глубина вакуума от (от 10^{-5} до 10^{-8} мм. рт. ст.).

Небольшое количество вискеров, ~10 шт. на 1 $см^2$ можно получить при использовании следующих оптимальных параметров технологического режима: температура подложки в процессе напыления 250 °С, скорость напыления 5 нанометров/секунду, глубина вакуума не хуже 10^{-5} мм. рт. ст.

Предварительная обработка поверхности подложки в смеси азотной и уксусной кислоты в соотношении объёмов 1:10 обеспечивает, при описанных выше условиях напыления, существенное увеличение концентрации вискеров висмута, около 10^6 шт. на 1 $см^2$.

На рис. 1 приведено СЭМ изображение полученных вискеров висмута. Исследование проводилось в МРЦКП РГПУ им. А. И. Герцена на растровом электронном микроскопе EVO – 40 (Zeiss) при наклоне столика с образцом 70˚.

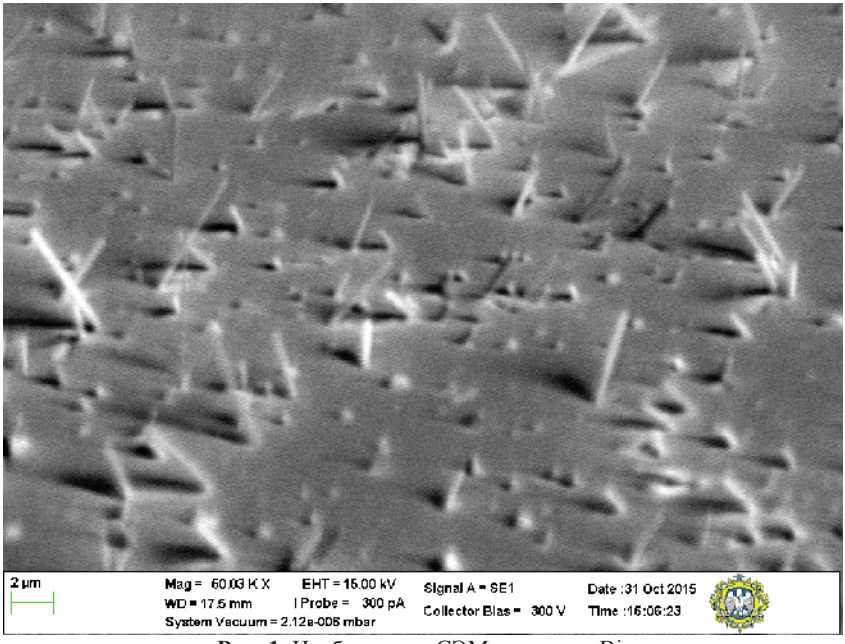


Рис. 1. Изображения СЭМ вискеров Bi

На Рис. 1 вискеры висмута, представленные в виде отрезков светлых линий, имеют различное направление роста относительно плоскости подложки и длину порядка нескольких микрометров.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 16-32-00313, и Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания №2014/376 на выполнение государственных работ в сфере научной деятельности, проект № 59,515

1. A. Nikolaeva, L. Konopko, T. Huber, ,I. Popov, P. Bodiul, E. Moloshnik. Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science, 2014, 211, 1325-1328.

2. В.М. Грабов, А.А. Николаева, Е.В.Демидов, В.А.Комаров, Е.В. Константинов, Г.И. Пара. Термоэлектрики и их применения: Доклады XIII Межгосударственного семинара, Санкт-Петербург, ноябрь 2012. С. 67-72.

Исследование пигментов в произведениях живописи К. Малевича методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа

Ю.И. Гренберг[1], С.А. Писарева[1], И.Ф. Кадикова[1], А.В. Мохов[2]

1 Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1, Россия
2 Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, 119017, г. Москва, Старомонетный пер., 35, Россия

Применение электронной микроскопии в области исследования материалов живописи уже давно стало обычной практикой. В составе комплекса методов физико-химического анализа этот метод является одним из неотъемлемых стадий аналитического процесса изучения состава и свойств художественных материалов. Незначительное количество вещества, которое исследователь может получить с произведения живописи, возможность проводить элементный анализ с разным увеличением, в разных точках пробы, исследовать морфологические особенности вещества, измерять размеры отдельных частиц – вот не полный перечень задач, которые можно решить с помощью электронного микроскопа, оснащенного энергодисперсионным спектрометром.

В данном докладе представлены результаты исследования картин Казимира Малевича - одного их ярчайших представителей русского авангарда - из собраний Государственного Русского музея и Московского музея современного искусства.

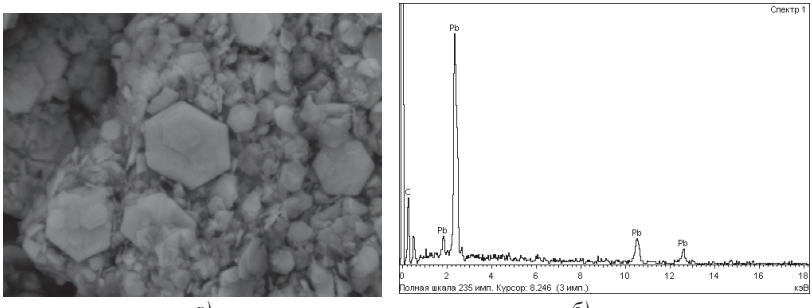
Полученные данные дают представление о том, какова была красочная палитра художника и являются эталонной базой - важным объективным критерием при установлении подлинности картин, претендующих на авторство художника.

Как показали проведенные исследования, картины 10-20-х гг. написаны с использованием цинковых белил (ZnO), в произведениях последних лет жизни художника обнаружено преимущественное применение свинцовых белил ($2PbCO_3 \cdot Pb(OH)_2$).

Метод энергодисперсионного анализа позволил установить, что свинцовые белила в картинах Малевича 1930-х гг. существенным образом отличаются от традиционных классических белил, использовавшихся в живописи с глубокой древности вплоть до первой четверти XX в. В составе свинцовых белил этих работ художника присутствуют крупные шестигранные кристаллы гидроцеруссита.



Рис. 1. Малевич К.С Голова крестьянина. Нач. 1930-х гг. Х.м., 55х44,5, ГРМ.



а) *б)*

Рис. 2. Исследование образца белил с картины К. Малевича "Голова крестьянина": а) РЭМ-изображение; б) элементный состав белил.

A new Approach to Time Dependant XPS Analysis of the Thermal Reduction of Titanium Oxides

M.D.Green, C.Kaiser, B.Krömker, G.Prümper, A.Feltz
Sigma Surface Science GmBH, Limburger Strasse 78, Taunusstein 65232, Germany
sales@sigma-surface-science.com www.sigma-surface-science.com

X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) also known as Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) is one of the most popular surface analysis techniques due to its surface sensitivity, ability to provide both chemical state and quantitative information and a broad range of materials that can be analysed. The information that XPS provides the researcher is important for a wide range of research applications from Semiconductor and/or electronic and photovoltaic thin films through to new nanomaterials, catalysis, adhesion and high performance alloys. XPS has developed over the years to become a mainstream tool in every research laboratory, but recently advances have been slow and new physics phenomena have not been explored due to outdated technical solutions.

In this talk a new unique approach is explored utilising the SIGMA ASPECT solution comprising of new developments in high speed detector and electronics and a new approach to data collection and evaluation. This entirely new research approach, enables higher performance chemical analysis than traditional tools, whilst unlocking new modes of operation such as, snapshot, multi-peak monitoring and near real-time analysis for process monitoring. The SIGMA PULSE XPS system was used to analyse the Thermal Reduction of Titanium Oxides with acquisition times in the millisecond range. The Titanium surface was analysed by XPS using the Multi-Peak Monitoring acquisition mode in order to continuously observe the spectral evolution of O1s, Ti2p, C1s and the valence band (figure2). After 2 minutes the temperature was ramped from 550K to 900K within approximately 2min with continuous XPS monitoring.

We demonstrate through the use of multi-peak mapping enabled by a near real-time XPS analysis that the transformation of the Titanium Oxides and contaminants can be easily observed. From the determined relative concentrations against time it was concluded that the reduction takes place via a step-wise redistribution from the oxidic state 4+ and then 3+

to the metallic state of Titanium. It has been shown that time dependent XPS is a unique new analysis technique for monitoring thin film and surface reactions.

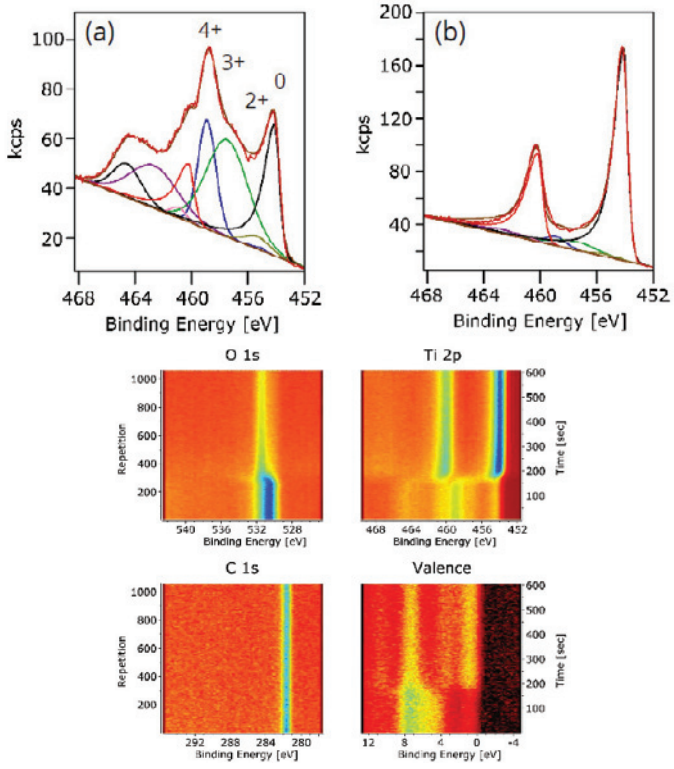


Fig 1: XPS spectra of Titanium 2P before (a) and after (b) thermal reduction of surface oxides (c) Colour coded intensity representation of O1s, Ti 2p, valence band and C1s as a function of time.

АСМ исследование морфологии полиамидоимидных мембран, отличающихся структурой диаминного фрагмента

Г.Н. Губанова, М.Э. Вылегжанина, К.А. Ромашкова, С.В. Кононова, А.А. Кутин, Т.Е. Суханова

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр. В.О., 31, Россия

При конструировании высокоэффективных композиционных мембран необходимо учитывать возможные изменения структурной организации диффузионного слоя, сформированного в условиях адсорбционного взаимодействия полимера в растворе с поверхностью подложки.

С этой целью методом АСМ были изучены структурно-морфологические особенности полиамидоимидных пленок (ПАИ-1 и ПАИ-2), отличающихся химической структурой диаминного фрагмента. Толщина пленок варьировалась от 10 до 40 мкм. Показано, что параметр шероховатости R_a и средний размер полимерных «зерен» на поверхности пленок ПАИ-1 уменьшается с увеличением толщины пленки до достижения определенного значения. Минимальное значение шероховатости поверхности регистрируется при толщине пленки равной 15 мкм, после чего наблюдается рост параметра R_a в связи с агрегацией «зерен» (Рис. 1 а-г). При увеличении толщины пленок ПАИ-1 от 10 до 15 мкм параметр шероховатости поверхности уменьшается в 6 раз (от 17.2 нм до 2.2 нм). При дальнейшем возрастании толщины до 20 мкм наблюдается рост R_a до исходного значения. Средний размер «зерна» при толщине пленок 10 мкм составляет 50 нм, а при толщине 20 мкм увеличивается до 150 нм. Пленка с минимальным значением R_a характеризуется двумя различными типами морфологии поверхности: наряду с зернистой наблюдается ярко выраженная «губчатая», отражающая структурные изменения полимера вблизи поверхности подложки (Рис. 1в). Наблюдаемые морфологические особенности, по-видимому, обусловлены технологией формирования пленок ПАИ.

Проведен сравнительный анализ морфологии поверхности образцов ПАИ-1 и ПАИ-2, полученных в равных условиях. На основании данных, полученных методом АСМ, установлена корреляция транспортных свойств с морфологией поверхности исследуемых пленок.

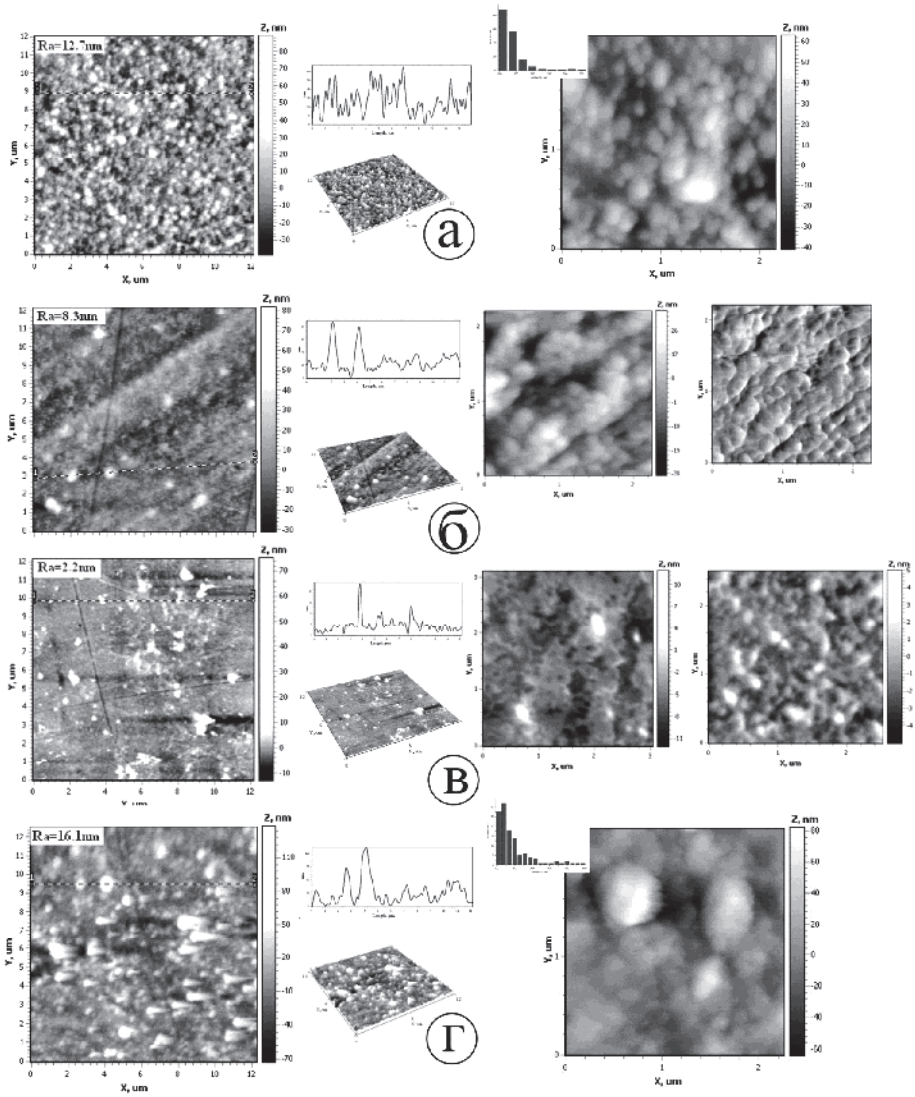


Рис. 1. Топография (12x12 мкм, 2.5x2.5 мкм), профилограмма, 3D-изображение и гистограмма распределения размеров зерен в пленках ПАИ-1: а – толщина 10 мкм, б - толщина 12 мкм, в - толщина 15 мкм, г - толщина 20 мкм.

Микроструктура быстрозатвердевших фольг доэвтектических сплавов системы Sn – Bi

О.В. Гусакова[1,2], Д.В.Александров[1], С.В.Гусакова[2]

1 Уральский федеральный университет им. Первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19
2 Белорусский государственный университет, 220030, пр. Независимости, 4, г. Минск, Республика Беларусь

Метод сверхбыстрой закалки из расплава широко применяется для получения аморфных, нано- и микро-структурированных материалов. Однако механизмы затвердевания, протекающего в условиях глубоких переохлаждений расплава, изучены не достаточно полно, в особенности для эвтектических и около эвтектических сплавов. Фольги, состава Sn – 20 и 30 мас. % Bi, получались в результате кристаллизации тонкого слоя расплава на вращающемся кристаллизаторе.

Исследованы изменения со временем микроструктуры (рис. 1 а, в) и зеренной структуры (рис. 1 б, г) сплава Sn – 20 мас. % Bi. На рис.1 белые участки соответствуют Bi, серые участки – твердому раствору на основе Sn. На рис.1 б и г серые участки двух оттенков – два зерна Sn различной ориентации. Исследования участков поверхности, прилегающей к кристаллизатору, проводились через 1 и 3 часа после изготовления.

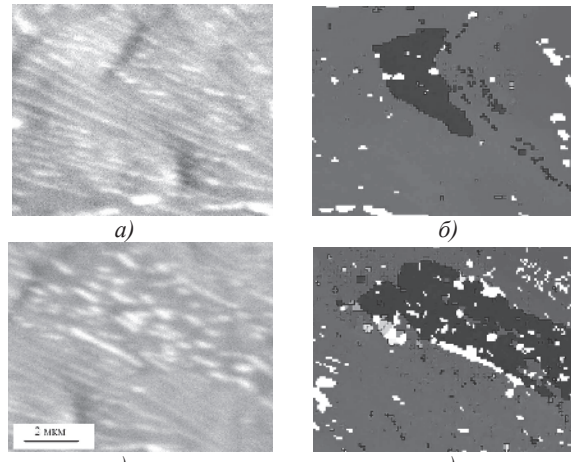


Рис. 1. Микроструктура (СЭМ: LEO 1455) и зеренная структура (ДОЭ: HKL EBSD Premium System Channel 5) быстрозатвердевшей фольги сплава Sn 20 мас. % Bi.

Через один час после изготовления фольги на поверхности прилегающей к кристаллизатору наблюдаются тонкие параллельные между собой пластины висмута (рис. 1а). Ориентация выделений Bi изменяется от зерна к зерну. Такая микроструктура характерна для прерывистого распада твердого раствора на основе олова пересыщенного висмутом. Прерывистый распад начинается у границы зерна, после накопления на ней определенной концентрации Bi, и протекает при коллективном движении границы зерна и росте пластин висмута в направлении движения границы зерна. На поверхности фольги распад протекает очень быстро, поэтому ультратонкие включения Bi наблюдаются сразу после изготовления фольги. В объеме фольги скорость диффузии атомов Bi ниже, чем на поверхности, накопление примеси на внутренней границе зерен наступает через определенный промежуток времени, составляющий латентный период распада. Затем начинается движение границы распада от внутренней границы зерна.

На рисунке 1 приведены результаты прямого наблюдения за движением границы прерывистого распада. В начале наблюдений в центре зерна твердого раствора на основе олова присутствовала область с несколькими участками другой ориентации (рис.1б - темный оттенок). Размер этой области постепенно увеличивался, что связано с выходом на поверхность фольги границы прерывистого распада. В месте выхода границы распада на поверхность пластины Bi утолщаются и появляются новые включения висмута. Кроме того, в области, сформировавшийся после выхода границы зерна, в твердом растворе на основе олова содержание висмута уменьшается, что подтверждается более темным цветом фазы олова (рис.1 в).

Исследования взаимной ориентации фазы Sn и Bi на поверхности фольги сплава Sn – 30 мас. % Bi позволили установить, что при прерывистом распаде наблюдается сопряженность фаз кристаллических решеток пластин висмута и растущего зерна олова. Обнаружено, что сопряжение границ фаз осуществляются по плоскостям $(011)Sn\|\|(10\bar{1}2)Bi$ и $(100)Sn\|\|(10\bar{1}2)Bi$ в направлениях $[100]Sn\|\|[2\bar{2}01]Bi$.

Таким образом, экспериментально показано, что при сверхбыстрой закалке из расплава затвердевание доэвтектических сплавов Sn – 20 и 30 мас. % Bi осуществляется по безразделительному механизму с образованием пересыщенного твердого раствора на основе олова. При комнатной температуре протекает прерывистый распад пересыщенного твердого раствора с образованием пластин висмута, частично когерентных матрице олова.

Микроструктура быстрозатвердевших фольг эвтектического сплава Al-Si

О.В. Гусакова[1,2], В.Г. Шепелевич[2], Д.В. Александров[1]

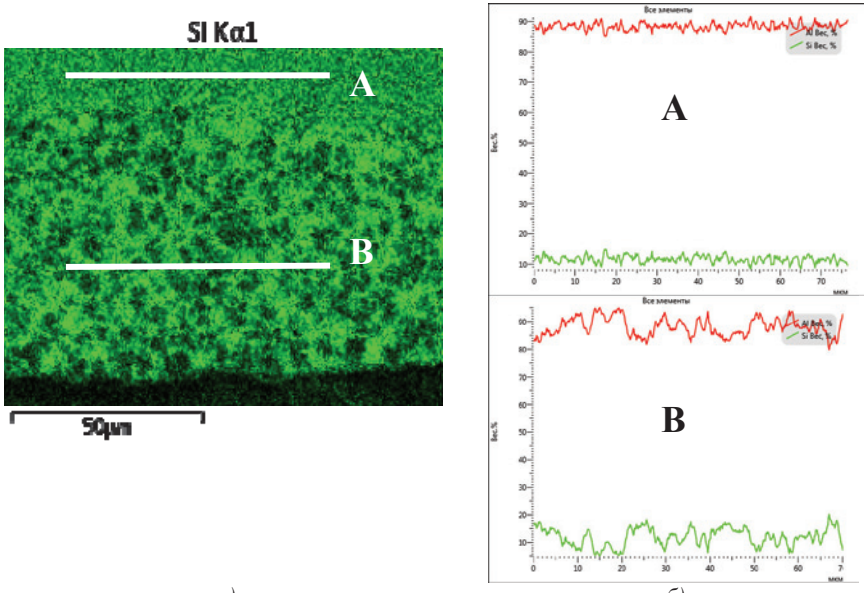
1 Уральский федеральный университет им. Первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19
2 Белорусссский государственный университет, 220030, пр. Независимости, 4, г. Минск, Республика Беларусь

Эвтектический сплав алюминий-кремний (силумин) широко применяется в различных отраслях промышленности, поскольку обладает хорошими механическими свойства при малом удельном весе. Отрицательное влияние на механические свойства оказывают крупные кристаллы кремния, присутствующие в материале при традиционных методах литья изделий. Наиболее известными способами измельчения структурных составляющих эвтектики Al – Si является модифицирования их натрием, стронцием, ультрадисперсными тугоплавкими соединениями типа оксидов, карбидов, нитридов и другими добавками [1]. Однако эти способы полностью не решают задачу получения однородной структуры при максимальном измельчении всех её составляющих, поскольку в структуре обнаруживаются дендритные включения алюминия и первичные выделения кремния.

В настоящей работе для решения задачи получения эвтектического сплава Al – Si с дисперсной однородной микроструктурой использован способ сверхбыстрой закалки из расплава. Фольги сплава Al – 12,2 ат.% Si толщиной 75-80 мкм получались при затвердевании расплава на внутренней поверхности медного барабана, вращающегося с линейной скоростью 15 м/с. При этом скорость охлаждения расплава, оцененная по толщине фольги составляет 10^5 К/с.

На рисунке 1 приведены результаты исследования распределения алюминия и кремния в поперечном сечении фольги, полученные методом рентгеноспектрального микроанализа с помощью энергодисперсионного безазотного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80, установленного на растровый электронный микроскоп LEO 1455 VP.

Установлено, что в слое у стороны фольги, прилегающей к кристаллизатору распределение кремния однородно. Толщина этого слоя 20 – 30 мкм. Исследования методом ДОЭ позволили установить, что у стороны контактирующей с кристаллизатором формируются крупные зерна, размер которых составляет несколько микрон.



а) *б)*

Рис. 1. Распределение кремния по поперечному сечению быстрозатвердевшей фольги Al-Si (а) и вдоль линий сканирования А и В (б).

В слоях фольги, удаленных от кристаллизатора из-за выделения скрытой теплоты кристаллизации начальное переохлаждение расплава уменьшается. Затвердевание протекает с разделением на участки различного состава. Максимальное содержание кремния в отдельных участках не превышает 18 мас. %, а минимальное - не ниже 5,5 мас. %. Размер таких участков составляет несколько микрон. Установлено, что в участках с высокой концентрацией кремния он присутствует в виде наноразмерных глобулярных частиц.

Таким образом, метод сверхбыстрой закалки из расплава позволяет получить эвтектические сплавы Al – Si с однородным распределением компонент. Поная гомогенность микроструктуры фольги может быть получена в более тонких фольгах, синтезируемых при больших скоростях вращения кристаллизатора.

1. *И. В. Рафальский, А. В. Арабей и Б. М. Немененок* Физико-химические основы синтеза силуминов с использованием кварцсодержащих материалов. Минск: БНТУ, 2015, 138 с.

Исследование внутренней структуры A_3B_5 гетероструктур, выращенных на метаморфном буферном слое переменного состава

П.А. Дементьев[1], М.С. Дунаевский[1], В.А. Соловьев[1]

1 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, Россия

В настоящее время в технологиях производства солнечных элементов, биполярных транзисторов, фотодетекторов и лазеров на ближний ИК-диапазон все большую популярность набирает использование так называемых метаморфных буферных слоев. Такие слои за счет плавного или ступенчатого изменения состава позволяют согласовывать материалы с сильно отличающимися постоянными решетки. При этом происходит постепенная релаксация возникающих механических напряжений. Метаморфная технология позволяет получить «виртуальную» подложку с требуемым параметром решетки, непосредственно на которой уже выращиваются активные слои требуемого состава.

Несмотря на теоретически предсказываемую релаксация механических напряжений в метаморфных буферах, в реальных кристаллах это происходит не всегда, что приводит к возникновению дефектов в конечных структурах.

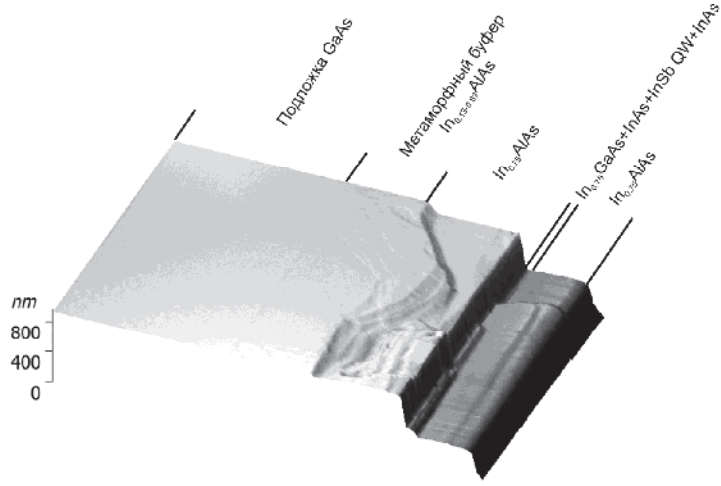


Рис. 1. 3D изображение топографии гетероструктуры, выращенной на метаморфном буфере $In_{0.15-0.83}AlAs$. Размер области сканирования – 3x4,5 мкм^2

В нашей работе были исследованы структуры сложной архитектуры, выращенные на метаморфном буфере $In_{0.15-0.83}AlAs$ на подложках GaAs. Качество и свойства слоев был исследованы методом атомно-силовой микроскопии на сколе. Исследовались как топография сколов образцов, а также распределение поверхностного потенциала по сколу как в заземленном так и в смещенном состоянии. Совместное применение этих методов позволяет уверенно детектировать большинство слоев гетероструктур, а также определить наличие дефектов в них.

На рис. 1 приведена типичная топография скола такой структуры. Хорошо виден буферный метаморфный слой шириной около 1 мкм, а также большинство слоев выращенной на нем гетероструктуры. Несмотря на теоретическое предсказание постепенной релаксации механических напряжений, заметно, что поверхность скола буферного слоя покрыта ступенями и другими дефектами. Однако значительно важнее, что эти дефекты приводят к возникновению дефектов и в последующих слоях гетероструктуры. На рисунке хорошо видна серия ступеней, начинающихся на границе буферного слоя и распространяющихся на всю толщину гетероструктуры, в том числе и в активной области с квантовой ямой InAs/InSb/InAs.

Таким образом, в нашей работе показано, что применение атомно-силовой микроскопии позволяет уверенно детектировать слои гетероструктур, а также определять наличие в них механических напряжений, приводящих к дефектам структуры.

Особенности структуры и термическая стабильность высокопрочного нанокомпозита Cu18Nb

И.Л. Дерягина, Е.Н. Попова, Е.И. Патраков, Е.Г. Валова–Захаревская

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, ул. С. Ковалевской 18, г. Екатеринбург, 620990, Россия

Высокопрочные провода на основе композитов Cu-Nb могут быть использованы на участках электросетей, подверженных интенсивным механическим нагрузкам, и в электромагнитах с высокими магнитными полями. Технология изготовления Cu-Nb проводов с пределом прочности до 1250 МПа и электропроводностью до 70 % от высокочистой меди разработана в ОАО ВНИИНМ [1].

В работе исследованы структура и термическая стабильность многоволоконных *in-situ* Cu18Nb композитов с различной степенью истинной деформации (*e)*: 10,18 (провод цилиндрической формы) и 12,5 (провод прямоугольного сечения). Микроструктура Cu18Nb композитов в продольном и поперечном сечениях была исследована в СЭМ Quanta-200 и Inspect F (FEI) с приставкой для микроанализа EDAX и в ПЭМ JEM 200-CX. Фазовый состав, текстура, параметр решетки ниобия и меди определялись на дифрактометре ДРОН-6 с монохроматором и фиксированной щелью в излучении Cr K_{α}. Поперечное сечение Nb-лент исследовано также в атомно-силовом микроскопе Dimension Icon (Bruker) зондом ScanAsyst Air (Bruker).

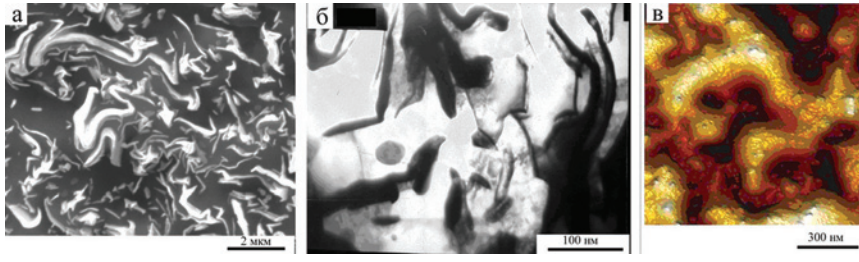


Рис. 1. СЭМ (а), ПЭМ (б) и АСМ (в) изображения лент Nb в медной матрице *in situ* Cu18Nb композита до термического отжига, поперечное сечение.

В ходе сильной пластической деформации дендриты ниобия в медной матрице Cu-Nb композитов приобретают форму лент (Рис. 1) с нанометровой толщиной [2], а временное сопротивление разрыву возрастает, превышая величину, рассчитанную по правилу смесей, в 3-4 раза [3]. Основную роль в упрочнении Cu-Nb композитов играют полукогерентные и частично аморфизированные границы медь-ниобий [2,4,5]. Воздействие температуры

может привести к коагуляции ленточных волокон ниобия (рис. 2) и разупрочнению композита.

Проведенное исследование композитов Cu18Nb позволило установить:

1) с ростом истинной деформации от 10,18 до 12,5 в композите происходит:

- уменьшение максимальной толщины лент ниобия от 120 до 70 нм;
- увеличение степени аксиальной текстуры <110>Nb и <111>Cu. Разориентировка направлений <110>Nb и <111>Cu на ~ 4°, может косвенно свидетельствовать о полукогерентной связи границ меди и ниобия;
- растет степень искажения решетки ниобия <110>Nb (в продольном и поперечном сечении композитов степень искажения решетки имеет противоположные знаки).

2) в области температур от 300ºС до 800ºС, при длительности отжига 1 ч:

- термическая стабильность Cu18Nb композита выше, чем у меди и ниобия, наноструктурированных интенсивной пластической деформацией;
- Отжиги при 400°С – 800°С (1ч) приводят к снижению степени искажения решетки ниобия и к коагуляции Nb волокон. Изменение структуры ниобиевых волокон начинается при 400°С, активно развивается при 600°С, и вызывает заметное разупрочнение композита при 800°С.

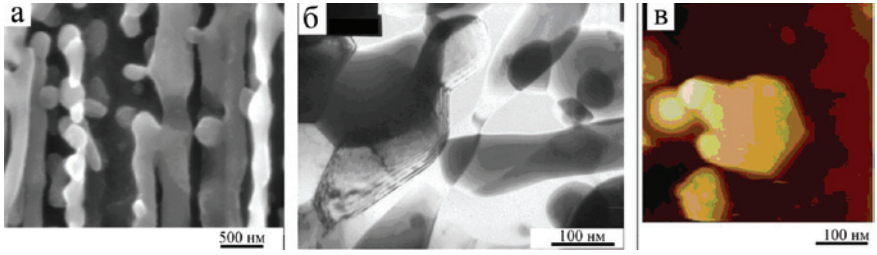


Рис. 2. СЭМ (а), ПЭМ (б) и АСМ (в) изображения лент Nb в продольном (а) и поперечном (б, в) сечении *in situ* Cu18Nb композитов после отжига 800 ºС/1 ч.

Авторы выражают благодарность Н. Е. Хлебовой, В.И. Панцырному (ОАО ВНИИНМ) за предоставление образцов для исследования и Денису Фокину (ООО Bruker) за проведение измерений на АСМ микроскопе.

Работа выполнена на образцах, изготовленных в ОАО ВНИИНМ. Исследование проведено на оборудовании ЦКП ИФМ УрО РАН, в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Кристалл» № 01201463333) при частичной поддержке УрО РАН (проект № 15-17-2-11).

1 *A. Shikov, V. Pantsyrnyi, A. Vorobieva et al.* Physica C, 2001, 354. 410–414.
2. *E. Snoeck, F. Lecouturier, L. Thilly et al.* Scripta Mater, 1998, 38, 1643-1648.
3. *Bevk J., Harbison J.P., Bell J.L.* J. Appl. Phys., 1978, 49 (12), 6031-6038.
4. *F. Dupouy, E. Snoeck, M.J. Casanove et al.* Scripta Mater., 1996, 34, 1067-1073.
5. *X. Sauvage, L. Renaud, B. Deconihout et. al.* Acta Mater. 2001, 49, 389-394.

The Analysis of Mo_5SiB_2 in the SEM using EDS and WDS

Hans Dijkstra[1], Peter Kellner[2], Werner Reichstein[3],Uw Glatzel[2]

[1] *Thermo Fisher Scientific, Takkebijsters 1, Breda, the Netherlands*
[2] *University Bayreuth, Lehrstuhl Metallische Werkstoffe, Ludwig-Thoma Str. 6b, Bayreuth*
[3] *University Bayreuth, Bayreuther Institut für Makromolekülforschung, Universitätsstr. 30, Bayreuth*

Refractory metals and their alloys show potential for high temperature applications due to the increased melting point and creep resistance. Mo-Si-B ternary alloys consisting of the phases Moss (molybdenum-based solid solution)-Mo_3Si (A15)-Mo_5SiB_2 (T2), with melting points over 2000°C, are particularly favorable for new high-temperature materials. However, these alloys show a lack of oxidation resistance in the intermediate temperature range, 650-750°C, and posses high density (9.6 g/cm^3) compared to Nickel-Based Superalloys.

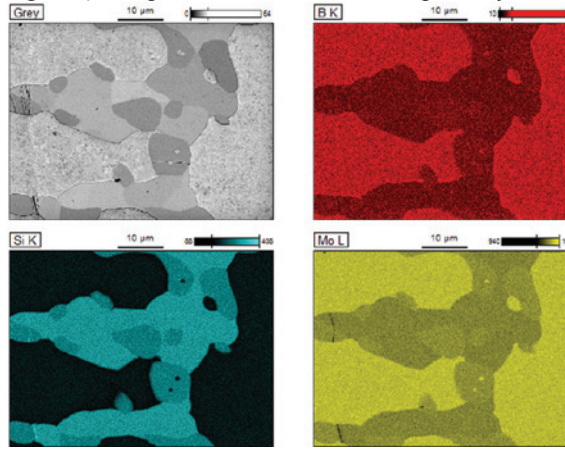


Figure 1. Elemental distribution map showing backscatter electron image, and EDS intensity maps. Note the completely incorrect B-K map showing higher intensities in areas without boron.

The characterization of the Mo_5SiB_2 phase with an SEM with X-ray microanalysis analytical capabilities presents a real challenge. The B-Kα X-ray has an energy of 183.3 eV, but might shift slightly due to its bonding with Mo. This X-ray line energy is very close to the Mo-Mζ line which is at 192.6 eV. In addition, the K-shell absorption edge of boron is at 192 eV, just below the Mo-Mζ line. Finally the absorption coefficient of B-Kα in Mo is very high, and is even more extreme in Si. As a result, EDS microanalysis proved to be insufficient. The EDS spectrum of the Mo_5SiB_2 phase shows a very small peak at the B-Kα position,

but without any separation from the Mo-Mζ line. The elemental distribution maps even showed a strong artefact: due to the higher Mo content in the Moss phase and the absence of a boron absorption edge the Mo-Mζ peak is considerably higher in that phase, resulting in an incorrect increase of intensity of boron in the Mo_{ss} phase. See Figure 1.

Alternatively, WDS spectrometers have a much better energy resolution, and are capable of separating to a large extend the B-Kα and Mo-Mζ peaks. Modern parallel-beam WDS spectrometers are also very sensitive to the low-energy part of the spectrum, and can detect small amounts of boron with very high efficiency. A careful energy scan over the B-Kα and Mo-Mζ peaks can be seen in Figure 2.

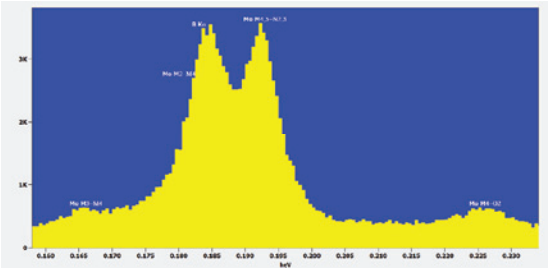


Figure 2. Energy scan with parallel-beam WDS over the B-Kα and Mo-Mζ (=Mo $M_{4,5}$-$N_{1,2}$) peaks

And of course creating an element distribution image for boron now indeed showed the correct boron distribution, as can be seen in figure 3.

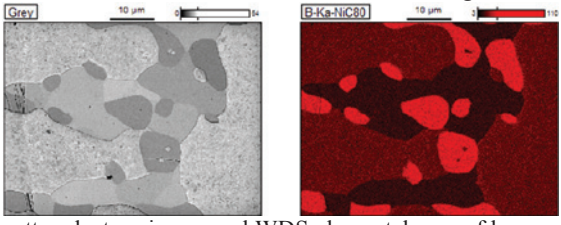


Figure 3. Backscatter electron image and WDS elemental map of boron, showing correct boron distribution

The final challenge lies with the quantitative analysis: what exactly is the weight percentage of boron in the supposed Mo_5SiB_2 phase. The B-Kα and Mo-Mζ peaks still partially overlap even with WDS, and one has to be very careful in the selection of the background support points to correctly subtract the background X-ray intensity. Using a stoichiometric Mo_5SiB_2 standard this can still be done, and an accurate quantification can be performed. This case shows how vital it can be for certain applications to widen the range of available microanalysis tools with a parallel-beam WDS spectrometer to perform analyses beyond the performance limit of EDS.

Применение методов микроскопии при выявлении признаков фальсификации электронных компонентов

И.В. Емельянова[1], М.И. Звягина[1], С.Э. Малютенкова[1]

1 «Российский научно-исследовательский институт «Электронстандарт», 196084, г. Санкт-Петербург, Россия

В последнее время в связи со значительным увеличением количества фальсифицированных электронных компонентов, а также усовершенствования методов их подделки, все большую актуальность приобретает применение различных методов микроскопии при идентификации партий электронной компонентной базы (ЭКБ).

Наибольшие шансы пройти визуальный контроль и тестирование на входном контроле имеют поддельные партии, которые обладают корректным внешним видом и правильно функционируют. Существует много разновидностей подделок, и каждый вид требует соответствующих методов для их выявления.

На данный момент достаточно распространенными методами физико-технического анализа, применяемыми для идентификации партий ЭКБ, являются методы диагностического неразрушающего контроля, базирующиеся на оптической, рентгеновской и акустической микроскопиях.

Эти методы позволяют выявлять партии ЭКБ неоднородные по внешнему виду и внутреннему конструктивному исполнению, не соответствующие данным информационных материалов изготовителя или нормативной документации, с признаками перемаркировки, имеющие дефекты, связанные с грубым нарушением технологии изготовления или следами предыдущей эксплуатации.

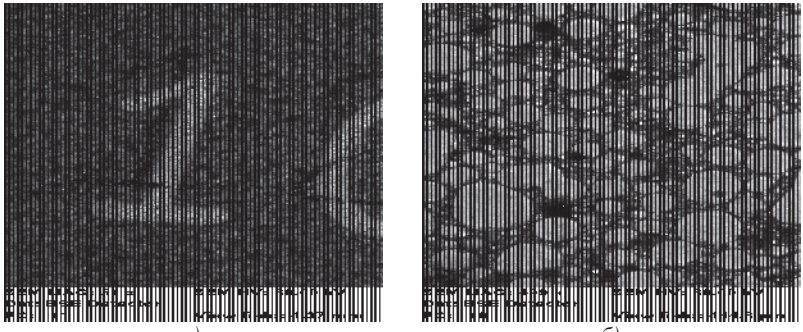
Но любой из вышеперечисленных методов имеет свойственные ему проблемы с уверенным выявлением качественных типов подделок, а также переводом отдельных партий ЭКБ из категории «подозрительные» в категорию «фальсифицированные».

Растровые электронные микроскопы (РЭМ), оснащенные системой рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), широко используются при контроле качества электронных компонентов, что обусловлено универсальностью метода и информативностью получаемого изображения, отсутствием необходимости в дополнительной подготовке образцов.

Менее применяемы РЭМ и РСМА для цели идентификации партий ЭКБ, так как в достаточно большом количестве случаев метод является разрушающим для электронных компонентов, а также только с ограничениями применим для сплошного контроля изделий больших партий.

В то же время, применение методов диагностического неразрушающего контроля всей партии ЭКБ совместно с выборочным контролем методами РЭМ и РСМА позволяет значительно расширить диапазон выявляемых видов подделки, повысить процент обнаруживаемого фальсификата, а в некоторых случаях является единственной возможностью получить доказательства неподлинности изделий контролируемой партии.

В докладе рассмотрены вопросы и приведены примеры выявления методами РЭМ и РСМА таких признаков подделки ЭКБ, как несоответствие применяемых материалов и покрытий, наличия маскирующих покрытий, следов механической и химической обработки, а также следов предыдущей маркировки, рисунок 1.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения РЭМ (VEGA II): а) следы предыдущей маркировки; б) следы механической обработки поверхности пластмассового корпуса.

Проведенными исследованиями подтверждена эффективность использования методов РЭМ и РСМА для выявления таких видов поддельных электронных компонентов, как перемаркированные и обновленные (уже бывшие в эксплуатации), вследствие существенного расширения возможностей обнаружения признаков фальсификации и убедительности получаемых доказательств.

Исследование влияния электроимпульсной обработки расплава (НЭМИ) на распределение элементов в карбидах хромистого белого чугуна

М.А. Ермаков, Хосен Ри, Э.Х. Ри

ФГБОУ ВО «Тихоокеанский государственный университет», г. Хабаровск, 680042, ул. Тихоокеанская, 136

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. Необходимыми свойствами, а также низкой стоимостью, обладают легированные белые чугуны. Однако, выпуск и внедрение в производство отливок из комплексно-легированных белых чугунов ограничены и сдерживаются из-за дороговизны и дефицитности легирующих элементов. В настоящее время существует множество способов повышения физико-механических и эксплуатационных свойств металлов и сплавов, к ним относятся: термические, химические (легирование и модифицирование), физические (обработка ультразвуком, током, магнитным полем). К последним также относят электроимпульсную обработку наносекундными электромагнитными импульсами (НЭМИ).

Данная работа посвящена исследованию продолжительности облучения НЭМИ расплава на характер распределения элементов в кристаллах тригонального карбида и легированного цементита. Научные результаты получены при финансовой поддержке со стороны Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания на выполнение научных исследований. Исследования выполнены в ЦКП «Прикладное материаловедение».

В качестве исходного объекта использовался чугун следующего состава, мас.%: 2,7 C; 1,67 Si; 0,33 Mn; 0,05 S; 0,23 P. Исследование проводилось на установке «Параболоид – 4М». Расплав перегревали до 1500°С, после выдержки в течении 5 минут в расплав вводили 8 мас.% хрома в виде феррохрома ФХ025. После интенсивного перемешивания расплава последний охлаждали до температуры 1350°С и осуществляли электроимпульсную обработку НЭМИ в течение 5; 10; 15 и 20 минут. Затем расплав подвергался модифицированию комплексно-легированным модификатором ФСМг7 в количестве 0,25 мас.%. Далее расплав охлаждали со скоростью 20°С/мин. до температуры 500°С.

С увеличением продолжительности облучения (ПО) расплава растворимость хрома в тригональном карбиде $(Fe,Cr)_7C_3$ изменяется по экстремаль-

ной зависимости с максимумом её значения при 15-минутном облучении расплава НЭМИ (рис.1, а). При этом содержание железа изменяется по обратной зависимости с минимумом его значения.

В легированном цементите $(Fe,Cr)_3C$ при обработке расплава НЭМИ наблюдается следующая зависимость: максимум содержания хрома и минимум концентрации железа наблюдается при ПО, равной 10 минутам (рис. 1, б).

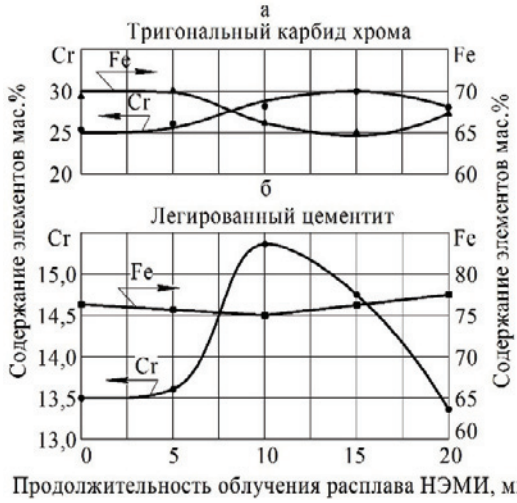


Рис. 1 – Влияние продолжительности облучения расплава НЭМИ на характер распределения элементов в карбидах модифицированного хромистого чугуна

Таким образом, можно сделать вывод о том, что при электроимпульсной обработке расплава НЭМИ в течение 10...15 минут в тригональном карбиде хрома концентрируется 30 мас.% Cr, в легированном цементите – 15,3 мас.% Cr. По этой причине при продолжительности облучения, равной 15 минутам, наблюдаются максимумы твердости, микротвердости тригонального карбида хрома и относительной износостойкости хромистого белого чугуна.

Эволюция структуры нанокомпозита Pt/УНВ в газдиффузионном электроде топливного элемента на ПБИ мембране

В.Г. Жигалина[1,2,3], О.М. Жигалина[1], И.И. Пономарев[4], Ив. И. Пономарев[4], Д.Ю. Разоренов[4], К.М. Скупов[4]

1 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Россия
2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, Россия
3 Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, 119421, г. Москва, Россия
4 Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 119991, ГСП-1, г. Москва, В-334, ул. Вавилова, 28.

Поиск новых наноструктурированных материалов (газодиффузионных слоев, электродов, катализаторов, мембран и т.д.) для фосфорнокислотного топливного элемента на полимерной полибензимидазольной мембране остается на сегодняшний день актуальной задачей. Уменьшение содержания благородных металлов (например, Pt) является одной из самых важных задач в развитии топливных элементов, а сбалансированное сочетание электронной и ионной проводимости, газопроницаемости и каталитической активности электродов является необходимым условием эффективной работы водородно-воздушного топливного элемента [1].

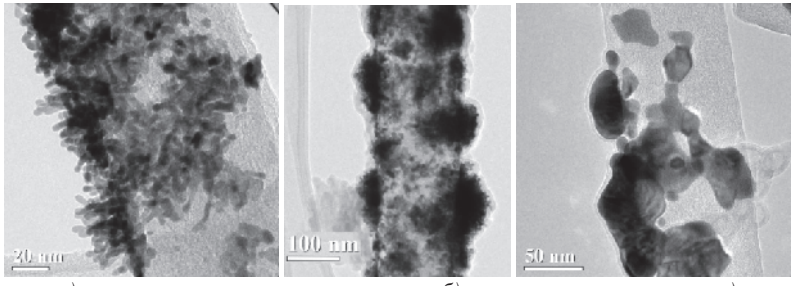
В данной работе методом просвечивающей электронной микроскопии были изучены нанокомпозиты на основе углеродных нановолокнистых нетканых матов, полученных методом электроспиннинга, с нанесённой платиной после работы при 160-180 ^{o}C в мембранно-электродном блоке в качестве газодиффузионного катода (ГДЭ) [2].

В исходном состоянии поверхность нановолокон равномерно покрыта густым слоем наночастиц платины анизотропной вытянутой формы, имеющих большое количество ступенек субнанометрового размера (**Рис. 1а**). Подобные дефекты могут способствовать увеличению каталитической активности платины [2,3].

При исследовании нанокомпозита после работы в качестве катода ГДЭ топливной ячейки в структуре платинового слоя катализатора обнаруживаются существенные изменения. Так, при работе ячейки в течение нескольких часов при стандартной температуре (160-180 ^{o}C) структура платиновых наночастиц меняется незначительно (**Рис. 1б**). Наночастицы металла сохраняют вытянутую форму и располагаются характерными скоплениями, как и в исходном состоянии, однако в данном случае металл покрыт тонким аморфным слоем. Часть нанокристаллов обнаруживают признаки

«оплавления» и потери исходной игольчатой формы, а также уменьшение дефектов на их поверхности.

При работе ячейки в течение нескольких суток при стандартной и повышенной температурах (160-180 ^{o}C) структура катализатора существенно изменяется. Платины на поверхности нановолокон обнаруживается в виде спекшихся конгломератов произвольной формы размером 40-100 мкм (**Рис. 1в**), которые покрыты равномерным тонким (5-10 нм) аморфным слоем.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. ПЭМ-изображения (Tecnai Osiris, 200 кВ) углеродных нановолокон, декорированных платиной: а) исходный нанокомпозит; б) нанокомпозит после нескольких часов работы в составе слоев топливной ячейки; в) нанокомпозит после 7 суток работы в составе слоев топливной ячейки.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при частичной поддержке Минобрнауки и гранта РФФИ № 14-29-04011 офи-м.

1. *Y. Wang, K.S. Chen, J. Mishler, S.C. Cho, X.C. Adroher.* Appl. Energ., 2011, 88, 981-1007.

2. *И.И. Пономарев, Ив.И. Пономарев, И.Ю. Филатов, Ю.Н. Филатов, Д.Ю. Разоренов, Ю.А. Волкова, О.М. Жигалина, В.Г. Жигалина, В.В. Гребенев, Н.А. Киселев.* ДАН. Сер. физ., 2013, 448, 6, 670-674.

3. *В.Г. Жигалина, О.М. Жигалина, И.И. Пономарев, Д.Н. Хмеленин, Д.Ю. Разоренов, Ив.И. Пономарев, Н.А. Киселев.* Наноматериалы и наноструктуры — XXI век, 2012, 4, 36-40.

Микроскопия в исследовании многокомпонентных металлических нанопроволок

Д.Л. Загорский[1], В.В. Артёмов[1], С.А. Бедин[1,2,3], В.В. Коротков[1,4]

[1]Институт кристаллографии РАН, Москва, Ленинский проспект,59;
[2]Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106;
[3]Московский педагогический гос. университет, Москва, ул. М.Пироговская,д.1,стр1.
[4]Российский химико-технологический университет, Москва, Миусская пл., д.9

Работа посвящена изучению металлических нанопроволок (НП) из сплавов магнитных металлов, полученных методом матричного синтеза [1,2]. Отметим, что магнитные наноструктурные материалы активно исследуются в последнее время, что связано с широкими возможностями их применения. До недавнего времени почти все исследования были посвящены однокомпонентным НП, однако в последние годы наметилась тенденция перехода к получению и исследованию многокомпонентных магнитных нанопроволок. Возможно синтезировать два вида нанопроволок: а) в виде гомогенного соединения («сплава» из двух или нескольких металлов), б) в виде слоистых структур (проволока состоит из чередующихся слоёв различных металлов). Настоящая работа посвящена получению материалов первого типа. Отметим, что изготовление НП из сплавов позволяет, (как и в случае объёмных материалов), изменять характеристики материала, варьируя его магнитные свойства, например, повышая коэрцитивную силу и остаточную намагниченность.

Известно, что **однокомпонентные НП** могут быть получены различными способами, из которых наиболее распространён метод электроосаждения, применение которого даёт множество возможностей модификации. Ещё ранее было отмечено влияние параметров процесса на геометрические и структурные особенности получаемых НП. Например, при малых напряжениях получаются сплошные нанаопроволоки. Повышение ростового напряжения до некоторого порогового значения позволяет формировать нанотрубки внутри пор шаблона [3].

Получение **многокомпонентных НП** также можно реализовать методом электроосаждения в поры матрицы, однако процесс в этом случае имеет ряд особенностей, изучению которых и посвящена данная работа.

В работе были получены НП из сплавов железа с кобальтом и железа с никелем. При этом в качестве матрицы использовались промышленные трековые мембраны с диаметром пор от 100 до 300 нм. После синтеза и отделения ростовой матрицы полученные массивы НП исследовались на РЭМ QUANTA 200 3D с приставкой для микроанализа (EDAX-Genesis).

Для роста **сплава Fe-Co** был использован электролит следующего

состава: $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ – 150 г/л, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ – 42.7 г/л (применялись добавки $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ – 40 г/л и аскорбиновая кислота – 2 г/л, осаждение проводилось при двух значениях pH- 1.2 и 1.8, t=20°C). Расчётное соотношение металлов в электролите составляло: Fe^{2+} : Co^{2+} = 0.54 : 0.18 моль/л (75%:25%). Проведенное микроскопическое исследование показало, что НП растут достаточно равномерно, а элементный анализ полученных нанопроволок дал следующее соотношение: Fe:Co – 83%: 17%.

Для роста **сплава Fe-Ni** использовались и сравнивались электролиты различного состава. Показано, что наилучшие результаты даёт использование состава $NiSO_4 \cdot 7H2O$ – 16 г/л; $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ - 40 г/л; $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ - 1 г/л; H_3BO_3 - 25 г/л; аскорбиновая кислота – 3 г/л; SDS (лаурилсульфат натрия) – 0,2 г/л. (t = 26°C, pH = 2,4). [4]. На Рис. 1 представлены СЭМ изображения получаемых массивов НП.

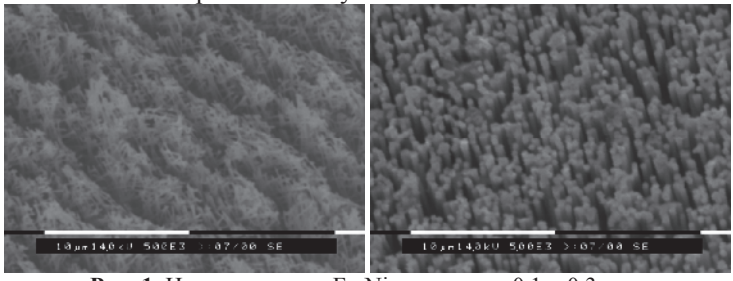


Рис. 1. Нанопроволоки Fe-Ni диаметром 0,1 и 0,3 мкм

Элементный анализ показал преобладание никеля в сплаве количестве (83-90%). При этом при повышении напряжения содержание никеля в нанопроволоках растёт.

Можно также предположить, что из-за изменения условий осаждения (диффузионные ограничения и сдвиг катодного потенциала) состав НП может меняться уже в ходе роста в поровых каналах. При выходе растущего металла за пределы поры (образование «шляпок») катодная поверхность увеличивается - меняется конфигурация поля и происходит сдвиг потенциала; последнее приводит к тому, что шляпки обогащены более электроположительным компонентом - Co (или Ni).

Таким образом, в процессе электроосаждения двухкомпонентных НП их состав не соответствует составу ростового электролита и может зависеть от ряда факторов.

Благодарности. Работа поддержана гранта РФФИ 15-08-04949.

1.*C.R. Martin.* Nanomaterials– A Membrane-Based Approach.Science 266, 1994, p.1961.

2. *Chakarvarti S., Vetter J.* Template synthesis. Nucl. Instr. Meth. 1991. V. B62. p. 109..
3. *A.Kozlovski et al.* Nuclear Instr.Meth.Phys.Res. B, 2016, V.367, p.26-31.
4. Modern Electroplating. *M. Schlesinger, M. Paunovic*, Wiley, 2010, p.736.

Микроскопия в исследовании железо-кобальтовых нанопроволок

Д.Л. Загорский[1,2], В. Лаврентьев[3], В.В. Коротков[1,4]

[1]*Институт кристаллографии РАН, г. Москва, Ленинский проспект,59;*
[2]*Институт проблем механики РАН, 119526, г. Москва, пр. Вернадского, 101, к.1*
[3]*NS Lab, Nuclear Physics Institute, m.Rez, (Чехия)*
[4]*Российский химико-технологический университет, г. Москва, Миусская пл., д.9*

Железо-кобальтовые сплавы давно получаются и применяются как магнитные материалы. Естественно, что получение и изучение наноразмерных структуры из этих металлов представляет значительный интерес. В настоящей работе гомогенные нанопроволоки с диаметрами 0,1- 0,3 мкм были получены путём гальванического заполнения пор в ростовой матрице- трековой мембране. Гальваническое заполнение производилось в ростовой ячейке из электролита на основе сернокислых солей железа и кобальта. Задачей исследования было изучение различных этапов заполнения пор сплавом металлов. Исследования проводились на СЭМ (Philips 505 и QUANTA 200 3D) и на АСМ (Solver P-47, с магнитными кантилеверами).

Показано, что процесс гальванического заполнения пор сплавом происходит так же, как и заполнение пор однокомпонентным составом. Известно, что после заполнения пор растущие нанопроволоки выходят за пределы пор, образуя т.н. «шляпки». Электронномикроскопическое изображение последних (в ростовой матрице) представлено на Рис.1.

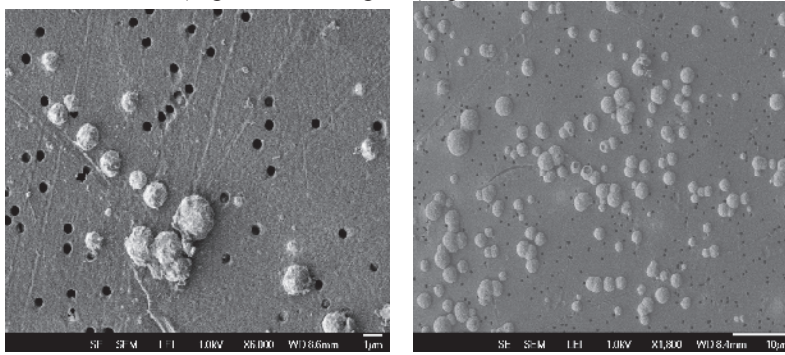


Рис.1. СЭМ изображение поверхности ТМ с частично проросшими НП сплава Fe-Co

Совместное применение АСМ с магнито-силовой микроскопией (МСМ) позволило изучить одни и те же области в режиме измерения топографии и режиме измерения сил магнитного взаимодействия для образцов

на различных этапах заполнения пор металлом. Для исследований были выбраны образцы, выращенные в течение последовательно увеличиваемого времени роста- 225 с, 250 с, 275 с и 300 с. Времена были выбраны исходя из предварительных данных (полученных по кривым электроосаждения и электронно-микроскопическим изображениям) о том, что выход растущего металла (сплава) на поверхность начинается при продолжительности осаждения больше 250 с.

На Рис.2 приведены изображения поверхности (АСМ-МСМ) ростовой матрицы для времени роста 250 с.

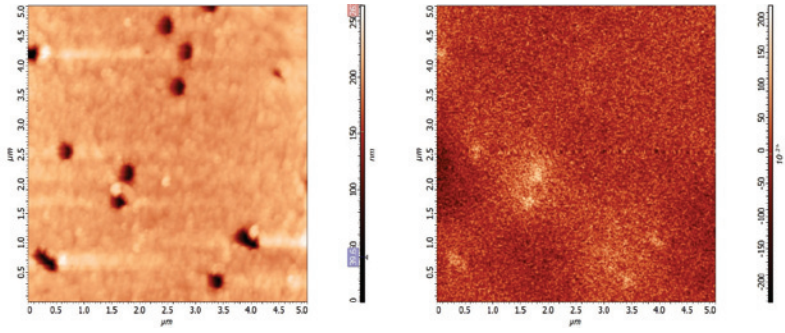


Рис. 2. Зондовая микроскопия поверхности: слева- топография (АСМ), справа магнито-силовая микроскопия (МСМ).

Видно, что АСМ-топография показывает отсутствие проросших НП (т.е. на АСМ картине они не детектируются). В то же время магнито-силовая микроскопия демонстрирует появление сигнала в месте нескольких (но не всех!!!) пор. Это свидетельствует о том, что верхний край растущей НП в этих порах достаточно близок к поверхности и уже даёт магнитный сигнал.Отсутствие магнитного сигнала в местах других пор говорит о том, что НП в этих порах имеют меньшую длину. Таким образом, продемонстрирована высокая чувствительность метода МСМ к детектированию «подповерхностных» НП. С другой стороны, ещё одним способом продемонстрирована неоднородность, неравномерность ростаНП- в данном случае сложного состава.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 15-0804949. Авторы выражают благодарность В.Артёмову (ИК РАН) за помощь в проведении электронномикроскопических исследований.

Исследование микроструктуры и элементного состава электроконтактного материала

Г.М. Зеер, Е.Г. Зеленкова

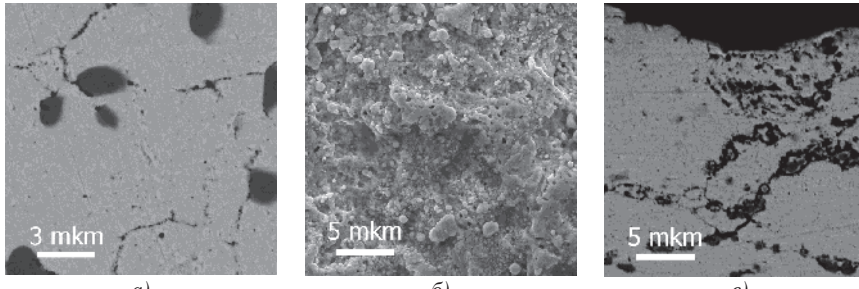
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение «Сибирский федеральный университет», 660041, г. Красноярск, пр. Свободный, 79, Россия

В работе методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа исследован электроконтактный материал на основе серебра с добавками нанодисперсных порошков никеля, оксидов цинка и титана до испытаний на электроэрозионный износ и после.

Физико-механические и эксплуатационные свойства электроконтактного материала зависят от состава, размеров исходных порошков, равномерности распределения компонентов в смеси и от микроструктуры спеченного контакта. Электроконтактный материал является композитом, в матрице которого равномерно распределены дисперсноупрочняющие и дугогасящие фазы. Наличие остаточной пористости снижает прочность и электропроводность [1, 2].

Образцы электроконтактов на основе серебра двух составов (% вес.) с добавками порошков: 4 Ni – 0,2 TiO_2 – 1 ZnO; 4 Ni – 0,2 TiO_2 – 2 ZnO получены методом порошковой металлургии. Исходные порошки имели средний размер частиц: Ag – 10 мкм; Ni – 80 нм, TiO_2 – 20 нм; ZnO – 10 нм. Оксид цинка является дугогасящей составляющей, Zn_2TiO_4, образующийся в процессе твердофазного взаимодействия порошков TiO_2 и ZnO при спекании – дисперсноупрочняющей.

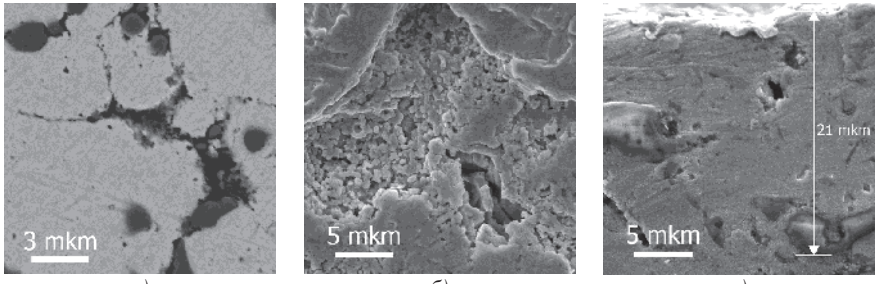
Изображения типичной микроструктуры спеченных образцов электроконтактных материалов представлены на рис. 1, а, 2, а.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. СЭМ изображение микроструктуры образцов спеченных электроконтактов с 1,2 вес.% керамической составляющей: а) исходный образец (compo); б) рабочая поверхность после испытаний (sei); в) поперечный шлиф после испытаний (compo).

Рентгеноспектральный микроанализ показал в составе крупных темно-серых зерен наличие Ni, тонкие цепочки темно-серых включений приблизительно соответствуют фазам ZnO и Zn_2TiO_4. Дисперсноупрочняющие и дугогасящие добавки более равномерно расположены по границам зерен серебра образца, в составе которого 1,2 вес. % керамической составляющей (рис. 1, а). В образцах с содержанием 2,2 вес. % керамической составляющей выявлены агломераты оксидных фаз с внутренней микропористостью (рис. 2, а).



а) *б)* *в)*

Рис. 2. СЭМ изображение микроструктуры образцов спеченных электроконтактов с 2,2 вес.% керамической составляющей: а) исходный образец (compo); б) рабочая поверхность после испытаний (sei); в) поперечный шлиф после испытаний (sei).

Образцы электроконтактов прошли испытания на электроэрозионный износ на лабораторном стенде (10000 циклов включение-выключение). Рабочие поверхности образцов обоих составов имеют оплавленный вид (рис.1, б; 2, б). Большее количество дефектов в виде пор и трещин выявлено на рабочей поверхности образца с 2,2 вес. % керамики (рис. 2, б). Исследование поперечного шлифа показало наличие в рабочем слое керамической фазы (рис. 1, в; 2, в). На глубине до 20 мкм на образце с 2,2 вес. % керамики выявлены крупные оплавленные включения, в составе которых обнаружены Ni (45,64 атомн. %), O (48,69 атомн. %), Zn (3,90 атомн. %) и Ti (1.13 атомн. %), что приблизительно соответствует NiO, в котором содержатся дисперсные включения Zn_2TiO_4 (рис. 2, в).

Более равномерное распределение фаз, менее дефектная рабочая поверхность после испытаний получены на образце с содержанием 1,2 вес.% керамической составляющей.

1. *Holm H.* Berlin: Springer-Verlang, 2010, 482 p.

2. *Braunovic, M., Konchits, V.V., Myshkin, N.K.* London, New York : CRC Press, Teilorand Francis Gtoup, 2007, 646 p.

Оценка на износ тонких пленок Al и Cu методом АСМ

Т.И. Зубарь[1], Т.А. Кузнецова[1], С.О. Абетковская[1], В.А.Лапицкая[1], К.А. Судиловская[1], С.А. Чижик[1], Б.И. Митрин[2], Е.В. Садыриин[2],

1 Институт тепло-и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, 220072, г. Минск, П. Бровки 15, Беларусь
2 НОЦ «Материалы», Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону, Россия

Неотъемлемой частью множества электронных устройств микросистемной техники являются пассивные элементы, в том числе тонкопленочные контактные площадки коммутаторов и переключателей [1]. Износоустойчивость контактов является одним из важнейших требований, обеспечивающих долговечность работы устройств [2].

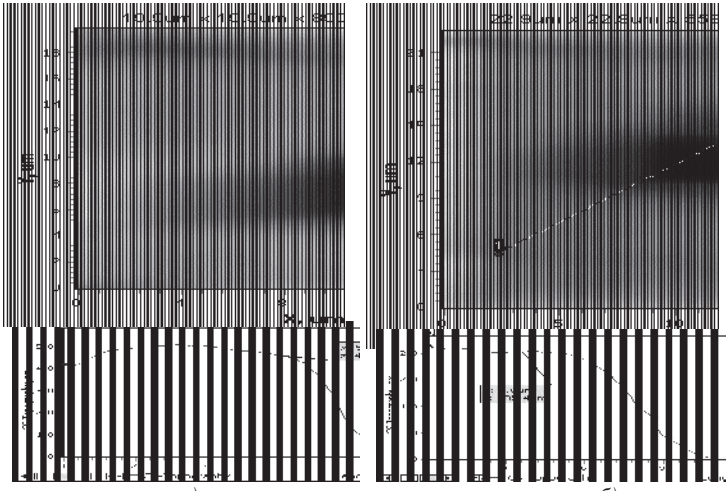
Целью данной работы является оценка на износ тонких пленок алюминия и меди с использованием зондовых технологий при различных нагрузках и количестве циклов изнашивания для прогнозирования количества циклов коммутации до разрушения контакта, выполненного в виде тонкой пленки алюминия и меди.

Оценка механических свойств тонких покрытий требует применения новых подходов, современных методик и оборудования, позволяющих работать на субмикронном и нанометровом уровне. Атомно-силовая микроскопия (АСМ) в полной мере удовлетворяют современным требованиям к точности оценки микромеханических параметров наноструктурных материалов [3], в том числе и тонкопленочных контактных площадок.

В качестве образцов электропроводящих материалов для контактных площадок были выбраны тонкие пленки алюминия и меди. Износ проводили алмазным острием на стальной консоли (коэффициент жесткости $k = 2 \cdot 10^3$ Н/м) с приложением нормальной нагрузки F = 1,89 мкН методом АСМ на приборе NT-206 (ОДО «Микротестмашины», Беларусь). Истирание контактных материалов проводили в 1, 5 и 10 циклов на поле 5х5 мкм со скоростью ~ 1,65 мкм/с. При этом величина контактного напряжения по теории Герца между алмазным острием и пленками алюминия и меди составила 58,35 и 44,37 ГПа соответственно. Результат износа оценивался посредством АСМ сканирования поля 20х20 мкм алмазным зондом при малой нагрузке.

На рисунке 1 представлены некоторые результаты оценки на износ тонкопленочных контактных площадок. Опыт показал, что глубина участка износа, проведенного на пленке алюминия, после 5 циклов истирания составила ~ 194 нм, а после 10 циклов в том же режиме ~ 460 нм. На медной пленке уже после 1 цикла истирания образовался участок глубиной

около 150 нм, а после 5 циклов его глубина достигла величины в 300 нм. На начальных этапах износ материала идет более активно. После некоторого количества проходов пленка упрочняется, и скорость процесса замедляется.



а) *б)*

Рис. 1. АСМ-изображение результата износа тонкопленочных контактных площадок алмазным зондом: а) пленка алюминия после 10 циклов износа; б) пленка меди после 5 циклов износа.

Из полученных данных путем простой экстраполяции можно рассчитывать количество циклов износа для алюминиевых и медных пленок различных толщин до полного ее разрушения. Из литературы известно, что стандартная толщина тонкопленочной контактной площадки в устройствах микросистемной техники колеблется от 50 нм до нескольких микрон [1], Таким образом, можно заключить, что при данных условиях износа алюминиевый контакт толщиной 1 мкм полностью разрушится после 30 циклов коммутации, а контакт, представляющий собой медную пленку той же толщины, – после 25 циклов.

1. *M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson.* Progress in Materials Science, 2006, 51, 427-556.

2. *B. Bhushan, V.N. Koinkar.* Appl. Phys. Lett.,1994, 13, 1653-1655.

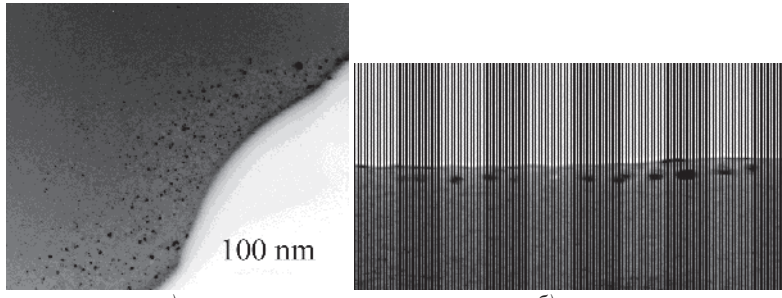
3. *A.V. Kulkarni, B. Bhushan.* Thin Solid Films. 1996, 290, 206-210.

Нанокристализация кремния в планарных структурах SiO_2\Si

Е.В. Иванова[1], А.А. Ситникова[1], О.В. Александров[2], М.В. Заморянская[1]

1 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, Россия
2 Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), г. Санкт-Петербург, Россия

В данной работе впервые обнаружено, что при высокотемпературном отжиге (T = 1150°C) в среде осушенного азота в приповерхностном слое термического диоксида кремния происходит образование нанокластеров кремния [1]. Методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и катодолюминесценции (КЛ) показано, что кластеры кремния имеют размеры 3 – 5.5 нм и располагаются на глубине около 10 нм от поверхности (Рис.1). Материалом для формирования нанокластеров кремния, служит кремний из термической пленки диоксида кремния. Такой метод формирования нанокластеров кремния предложен впервые.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения ПЭМ (на вставках): а) планарная геометрия; б) геометрия поперечного сечения.

В работе также был исследован процесс формирования нанокластеров кремния. Было установлено, что на процесс образования нанокластеров существенное влияние оказывает содержание примесей (OH-групп) и точечных дефектов в исходных пленках. Содержание OH-групп в пленках зависело от технологии их выращивания. Для количественной оценки содержания точечных дефектов использовалась методика, предложенная в работе [2]. Были исследованы пленки с различным содержанием OH-групп до и после высокотемпературного отжига в атмосфере осушенного азота в течение 5 часов. Показано, что для образцов с низким содержанием OH-

групп не происходит заметного изменения содержания точечных дефектов в процессе отжига, тогда как для пленок с высоким содержанием ОН-групп происходит заметное изменение содержания точечных дефектов после отжига в атмосфере азота. По-видимому, высокое содержание точечных дефектов и примесей, в частности ОН-групп, является необходимым условием для формирования нанокомпозитной области.

Также по литературным данным [3] при температурах ниже 1400^{o}C наблюдается лишь незначительная диссоциация диоксида кремния. Соответственно, можно предположить, что формирование свободного кислорода и кремниевых преципитатов происходит именно на точечных дефектах диоксида кремния. Как было показано в [4] при изучении и визуализации окислительно-восстановительных реакций в пористом кремнии, возможна диссоциация Si-OH групп, причем реакция является обратимой.

$\equiv Si - OH \leftrightarrow \equiv Si - O^{-} + H^{+}$

На основании проведенных исследований можно представить следующую модель формирования нанокластеров кремния в аморфном диоксиде кремния. В процессе отжига аморфного диоксида кремния происходит разрушение связей кислород – кремний около точечных дефектов, например, немостикового атома кислорода с выделением атомарного кислорода. В случае, если выделение атомарного кислорода происходит около поверхности, кислород диффундирует к поверхности, таким образом, формируется область с дефицитом кислорода. Как известно, нестехиометричный окисел кремния SiO_x не стабилен и при температурах более 800^{o}C распадается на диоксид кремния и кристаллические включения кластеров кремния.

Размер нанокластеров кремния и геометрия нанокомпозита контролировалась методом просвечивающей электронной микроскопии.

Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках гранта № 15-03-06206 А. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП "Материаловедение и диагностика в передовых технологиях" поддержана Минобрнауки России (Соглашение о предоставлении субсидии №14.621.21.0007 id RFMEFI62114X0007).

1. *Е.В. Иванова, А.А. Ситникова, О.В. Александров, М.В. Заморянская,* ФТП, 2016, Т 50, В6, 807-810

2. *M.V. Zamoryanskaya,* Solid State. Phenomena, 2010, 156-158, 487-492.

3. *П.А. Куликов* Термическая диссоциация соединений, Металлургия, Москва 1969 (573 стр.)

4. *Е.А.Тутов, М.Н. Павленко, И.В. Протасова. В.М. Кашкаров,* Письма ЖТФ, 2002, Т.28, В.17, 45-50

Структура и люминесцентные свойства одиночных нановискеров GaN

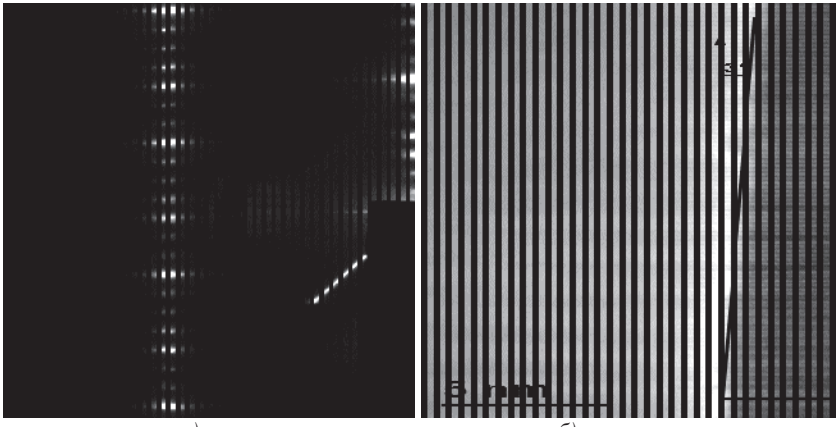
Е.В. Иванова[1], Д.А. Кириленко[1]

1 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 г. Санкт-Петербург, Россия

Материалы на основе III-N имеют широкий спектр применения в оптоэлектронике. В перспективе одномерные нитевидные кристаллы (нановискеры) могут стать основой оптоэлектронных приборов: полевых транзисторов и светоизлучающих приборов с низким энергопотреблением. Также нановискеры являются уникальным объектом для фундаментальных исследований свойств одномерных структур. К наиболее интересным фундаментальным вопросам относятся: физика нуклеации нановискеров, кристаллографическая структура, одномерный транспорт носителей.

Нитрид галлия – прямозонный полупроводник с кристаллической структурой типа вюрцита. Однако в ряде работ [1, 2] было показана возможность формирования кристаллов 3C-GaN с кристаллической структурой типа цинковой обманки и кристаллитов 9R-GaN. Также в работах [3, 4] был проведен расчет ширины запрещенной зоны для двух структурных политипов нитрида галлия 3C и 2H. Было показано, что различие в ширине запрещенной зоны для этих двух политипов составляет 0,2 эВ, но точные значения ширины запрещенной зоны для кубического и ромбоэдрических политипов до сих пор не известны.

Данная работа посвящена исследованию связи оптических свойств и кристаллической структуры одиночных нановискеров GaN. Для определения структурных политипов нановискеров GaN были проведены исследования методом ПЭМ. Структурный политип каждого исследованного нановискера был определен по данным микродифракции. На Рис.1 показаны микродифракция и изображение, полученные методом ПЭМ, нановискера с политипом 21R. В результате исследований было продемонстрировано существование нановискеров нитрида галлия со стуктурными политипами 21R, 27R, 33R, 39R, 45R, 51R, 57R, 69R. Были получены спектры катодолюминесценции от каждого нановискера ромбоидрической структуры. Было показано, что межзонный переход для структурного политипа 27R сдвинут на 0,1 эВ по сравнению с 2H что согласуется с литературными данными [3, 4].



а) *б)*

Рис. 1. Нановискер с политипом GaN-21R: а) микродифракция нановискера; б) изображение нановискера, полученное методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии

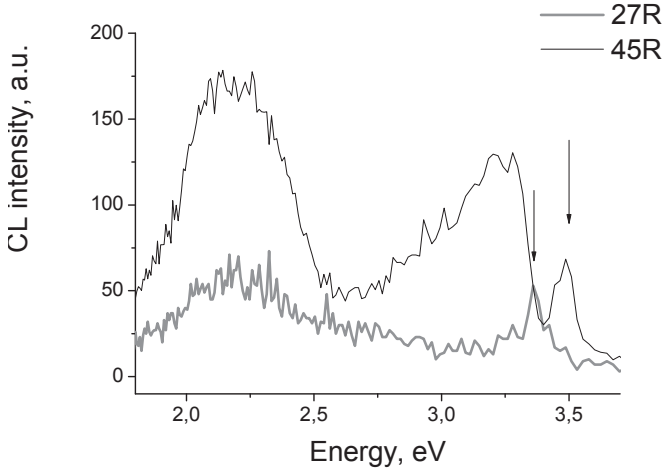


Рис. 2. Спектры КЛ нановискеров с политипом 27R и 45R

1. *H.J. Lee, H. Ryu, C.R. Lee, K. Kim*, Journal of Crystal Growth, 1998, 191, 621-626.

2. H. Selke, V. Kirchner, H. Heinke, S. Einfeldt, P.L. Ryder, D. Hommel, 2000, 208, 57-64.

3. *F. Litimein, B. Bouhafs, G. Nouet, P Ruterana,* Physic Status Solidi (b), 2006, 243, N7, 1577-1582.

4. L.C. de Carvalho, A. Schleife, F. Bechstedt, Physical Review B, 2011, 84, 195105.

Структурно-морфологические превращения на стадиях зарождения и роста фосфат-кальциевых покрытий на титане в процессах высокочастотного магнетронного распыления и биомиметического синтеза

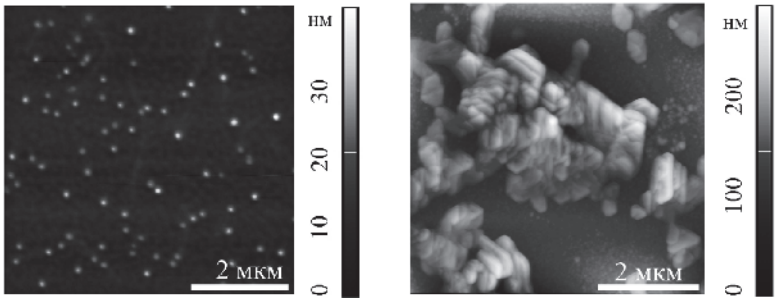
В.М. Иевлев[1,2], С.Б. Кущев[3], А.В. Костюченко[3], В.А. Дыбов[3], А.А. Гончарова[2]

1 Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия
2 Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия
3 Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Россия

В работе методами просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии, атомно-силовой микроскопии и оже-электронной спектроскопии исследованы структура, субструктура, морфология поверхности и элементный состав поверхности фосфат-кальциевых (ФК) покрытий, полученных на поверхности нанокристаллических и монокристаллических пленок титана в условиях плазменной среды (высокочастотное магнетронное распыление (ВЧМР) гидроксиапатитовой (ГА) мишени) и в условиях биомиметического осаждения (раствор (37ºС), моделирующий состав межтканевой жидкости организма (Simulated Body Fluid, SBF), пересыщенн относительно ГА)

Впервые установлен эффект субструктуры титановой подложки в процессе формирования на ней ФК покрытий в условиях ВЧМР (ненагретая подложка), проявляющийся на ранней стадии роста покрытий в наступлении сплошности при меньшей толщине в случае нанокристаллического титана. На поверхности монокристаллического титана установлен островковый характер роста на ранней стадии. Впервые реализован процесс ориентированного наращивания ГА на поверхность монокристаллической подложки титана (620ºС). Установленное ориентационное соотношение между ГА монокристаллической подложкой (0001), $[11\bar{2}0]$ ГА || (0001), $<01\bar{1}0>$ Ti.

Впервые установлен эффект прединкубационной обработки поверхности титановых подложек ионным травлением в среде аргона, заключающийся в ускорении кинетики роста ГА в процессе биомиметического синтеза: период формирования островков ГА на необработанных пленках титана (нанокристаллических и монокристаллических) составляет около двух суток, на подвергнутых ионному травлению – менее одного часа (рис. 1а).



а) *б)*

Рис. 1. АСМ сканы в режиме топологии поверхности монокристаллической пленки титана, подвергнутой предварительному ионному травлению, после инкубирования в SBF-растворе в течение 2 часов (а) и 48 часов (б)

Увеличение продолжительности инкубирования обработанных ионным травлением подложек до 48 часов приводит формированию ГА покрытий с преимущественной ориентацией по оси $<10\bar{1}0>$. Огранка неоднородностей ГА покрытия (наблюдаемые углы между гранями, нормальными подложке, 115º и 125º) (рис. 1б) соответствует фонту роста зерен вдоль подложки по плоскостям (0001) и $(21\bar{3}1)$.

Работа поддержана грантом Минобрнауки (проект №523) и грантом РФФИ (№15-03-09186).

Исследование влияния геометрических параметров вертикально ориентированных углеродных нанотрубок на резистивные свойства структур на их основе

М.В. Ильина, Ю.Ф. Блинов, В.А. Смирнов, О.А. Агеев, А.А. Коньшин

Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Южный федеральный университет, 347922, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2, корп «Е», Россия

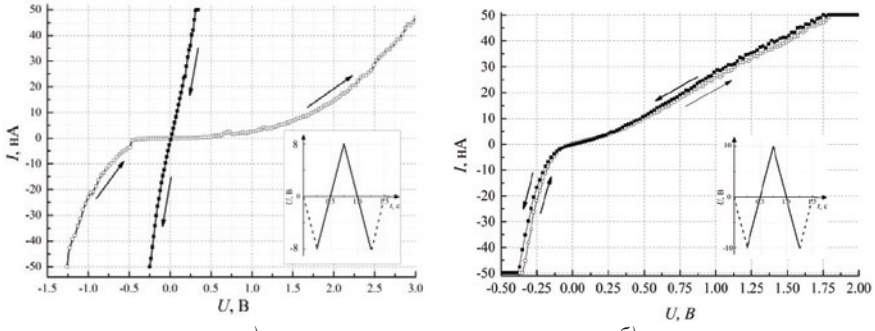
Одним из перспективных направлений развития современных запоминающих устройств является разработка энергонезависимой резистивной памяти (RRAM) на основе мемристорных структур. Ранее нами было экспериментально установлено, что структуры на основе вертикально ориентированных углеродных нанотрубок (ВОУНТ) с туннельным верхним контактом проявляют мемристорный эффект [1, 2], и предложен принцип работы ячейки RRAM на ее основе, связанный с процессами деформации и формирования пьезоэлектрического заряда ВОУНТ [3].

Целью данной работы является исследование влияния геометрических параметров ВОУНТ на резистивные свойства структур на их основе методом сканирующей туннельной микроскопии (СТМ).

В качестве экспериментальных образцов использовались структуры на основе ВОУНТ с аспектным отношение длины к диаметру H = 20-23 (диаметр D = 108±39 нм и высота L = 2,23±0,37 μм) и на основе ВОУНТ с H = 5-15 (D = 27±7 нм, L = 0,25±0,15 μм). Массивы ВОУНТ выращивались на кремниевых подложках с нижним электродом в модуле плазмохимического осаждения из газовой фазы нанотехнологического комплекса НАНОФАБ НТК-9 (НТ-МДТ, Россия). В качестве верхнего электрода использовался вольфрамовый зонд СТМ. Исследования резистивных свойств экспериментальных образцов проводились в режиме СТМ-спектроскопии при расстоянии между зондом СТМ и ВОУНТ 1 нм с использованием сканирующей зондовой нанолаборатории Ntegra (НТ-МДТ).

Теоретические оценки упругих и Ван-дер-Ваальсовых сил, возникающих в процессе деформации ВОУНТ и ее контакта с верхним электродом, показали, что воспроизводимое и стабильное переключение сопротивления структуры на основе ВОУНТ из высокоомного (R_{HR}) в низкоомное (R_{LR}) состояние под действием внешнего электрического поля будет наблюдаться при $H \approx$ 20-30.

Экспериментальные исследования подтвердили, что структуры на основе ВОУНТ с H = 20-23 проявляют мемристорный эффект с отношением $R_{HR}/R_{LR} > 25$ (рис. 1а), а на основе ВОУНТ с H = 5-15 мемристорный эффект отсутствует, и $R_{HR}/R_{LR} \approx 1$ (рис. 1б).



а) *б)*

Рис. 1. Характерная ВАХ структуры на основе ВОУНТ с аспектным отношением: а) 20-23; б) 5-15. На вставках – импульсы прикладываемого напряжения.

Гистерезис вольтамперной характеристики (ВАХ) структуры на основе ВОУНТ с H = 20-23 связан с перераспределением механического напряжения, возникающего в результате удлинения ВОУНТ под действием внешнего электрического поля на величину туннельного зазора, и соответствующего ему пьезоэлектрического заряда ВОУНТ. При этом упругие силы, возникающие в нанотрубке при ее растяжении, по модулю меньше, чем силы Ван-дер-Ваальса, возникающие между вершиной ВОУНТ и верхним электродом, и ВОУНТ удерживается на поверхности верхнего электрода в процессе всего измерения и после снятия внешнего поля. В структуре на основе ВОУНТ с H = 5-15, упругие силы превосходят по модулю силы Ван-дер-Ваальса, в результате чего деформация ВОУНТ и соответствующий ей пьезоэлектрический заряд постепенно релаксируют при уменьшении прикладываемого напряжения и, и гистерезис ВАХ отсутствует.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке энергонезависимой резистивной памяти с использование мемристорных структур на основе вертикально ориентированных углеродных нанотрубок.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-37-00101 мол_а).

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.* ФТТ, 2015, №4, 807-813.

3. *М.В. Ильина, Ю.Ф. Блинов, В.А. Смирнов, А.А. Коньшин, М.В. Чинь*. Известия ЮФУ. Технические науки, 2015, №9, 75-84.

Исследование влияния времени активации процесса PECVD на параметры углеродных нанотрубок

М.В. Ильина, Н.Н. Рудык, О.И. Ильин, А.А. Федотов

Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета, 347928, г. Таганрог, ул. им. Шевченко, 2, Россия

Метод химического осаждения из газовой фазы в плазме (PECVD) является наиболее перспективным методом получения углеродных нанотрубок (УНТ) для приборного применения. Его отличают такие достоинства, как возможность формирования УНТ на каталитических центрах (КЦ) в заданных местах на подложке, низкие температуры синтеза, а также возможность варьировать геометрическими параметрами УНТ в широких диапазонах [1]. Сам процесс PECVD состоит из нескольких этапов. В данной работе проведены экспериментальные исследования влияния этапа активации без плазмы, проводимого для восстановления металлических КЦ из оксида для возможности последующего роста УНТ.

Для экспериментов была подготовлена партия образцов со структурой Si/Cr/Ni (300 мкм/ 500 нм/10 нм). Затем каждый образец подвергался нагреву до 750 °С, после чего проводился этап активации, при котором в камеру подается большой поток аммиака. Полученные образцы исследовались с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Nova Nanolab 600.

На основе полученных результатов установлено, что время активации оказывает значительное влияние на параметры формируемых УНТ. Определены зависимости высоты и диаметра УНТ от времени «активации», которые представлены в таблице 1. Увеличение диаметра УНТ и уменьшение их плотности на интервалах 1-3 и 6-10 минут, связано с преобладанием процессов поглощения мелких центров большими, при этом на интервалах времени 3-6 и 10-15 минут преобладают процессы травления КЦ в атмосфере аммиака.

Таблица 1. Параметры УНТ выращенных при различном времени активации

Время активации, мин	Диаметр УНТ, нм	Высота УНТ, нм	Плотность УНТ, мкм$^{-1}$
1	26±4	77±8	410±38
3	35±8	250±20	250±25
6	24±4	200±9	171±18
10	51±11	260±22	136±16
15	50±5	310±25	228±23

РЭМ-изображения сформированных УНТ представлены на рисунке 1. Следует отметить, что при времени активации свыше 1 мин УНТ в процессе роста начинают объединятся в пучки, что не наблюдается при активации КЦ в плазме. При этом, с увеличением времени активации наблюдается снижение отклонения растущих трубок от нормали к подложке.

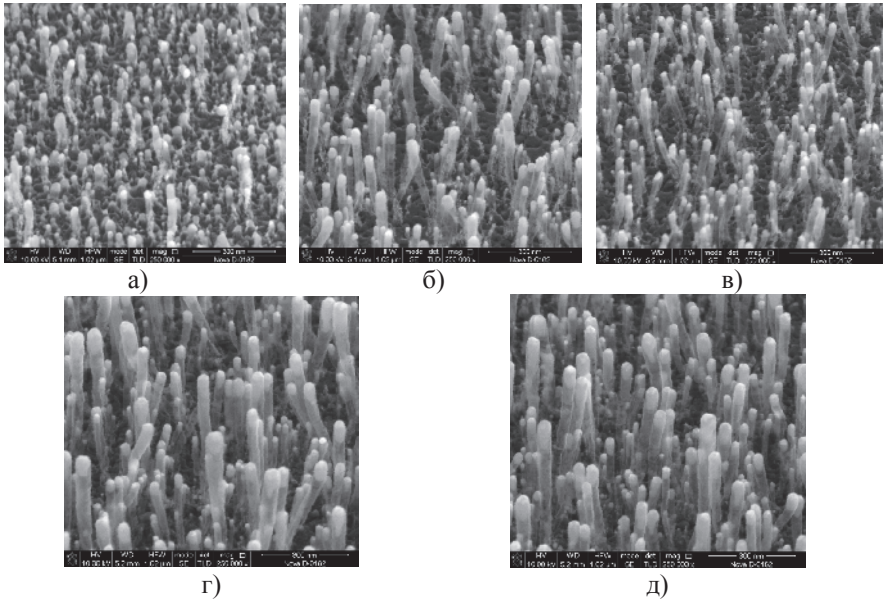


Рис. 1. УНТ выращенные при различном времени «активации»: а) 1 мин; б) 3 мин; в) 6 мин; г) 10 мин; д) 15 мин

Для оценки влияния наличия этапа активации проведился рост УНТ без предварительного этапа активации. Результаты показали, что УНТ полученные без проведения этапа «активации» выросли по «корневому» механизму, при этом открытые вершины УНТ начинают ветвиться и образовывать графитовые «чешуйки». Таким образом, управление процессом активации позволяет управлять механизмом роста УНТ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект №16-37-00101 мол_а).

1. *Ageev, O.A.* Development of new metamaterials for advanced element base of micro- and nanoelectronics, and microsystem devices / *O.A. Ageev [et al.]* // Springer International Publishing Switzerland. Chapter In: Advanced Materials – Manufacturing, Physics, Mechanics and Applications.- 2016.- p. 563-580.- ISBN: 978-3-319-26324-3

Исследование наногетероструктур на основе AIIBVI локальными методами

М.Б. Караваев[1], И.В. Седова[1], А.А. Ситникова, Д.А. Кириленко, Е. В. Иванова[1], М.В. Заморянская[1]

1 Физико-технический институт имени А.Ф.Иоффе, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, Россия

Актуальность создания миниатюрных лазеров, излучающих в зеленой (?=520 - 550 нм) области спектра, возрастает в связи с увеличивающейся потребностью в них для массового применения в проекционном лазерном и 3D телевидении, всепогодных системах обеспечения навигационной безопасности транспортных средств, локальных волоконно-оптических линиях связи, медицинской флуоресцентной диагностике клеток и т.д. В связи с этим лазерные гетероструктуры на основе широкозонных полупроводников A2B6, обладающие высокой квантовой эффективностью люминесценции в “истинном” зеленом спектральном диапазоне 520-550 нм, по-прежнему представляют особой интерес для создания приборов, излучающих в желто-зеленой области спектра. В качестве активной области для лазеров в зеленом диапазоне может быть использован наноразмерный слой ZnCdSe. Определение ширины и состава наноразмерного слоя являются важной задачей для развития технологии. В связи с этим разработка новых методов определения параметров неразрушающим способом остается по-прежнему актуальной.

В данной работе предложена методика,позволяющая определить состав, ширину и глубину залегания квантовой ямы, основанная на методе локальной катодолюминесценции (КЛ) и методе рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). На основе данных РСМА проводилось программное моделирование при предположении, что толщина квантовой ямы равна 7 нм (по ростовым данным). Моделирование позволяет определить глубину залегания и состав квантовой ямы. Затем был проведен математический расчет оптического перехода для квантовой ямы, учитывающий напряжение в квантовой яме, её состав и высоту потенциальных барьеров для носителей по методу, описанному в работе [1]. Была рассчитана энергия оптического перехода для различной толщины квантовой ямы. Результат расчета сравнивался с измеренным положением пика люминесценции ямы. Было показано, что толщина ямы равна 6 нм. Полученный результат был подтвержден методом просвечивающей электронной микроскопии

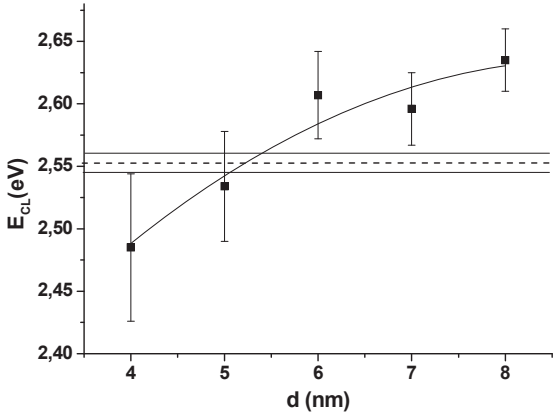


Рис. 1. График зависимости энергии полосы КЛ от толщины наноразмерного слоя для образца #267.

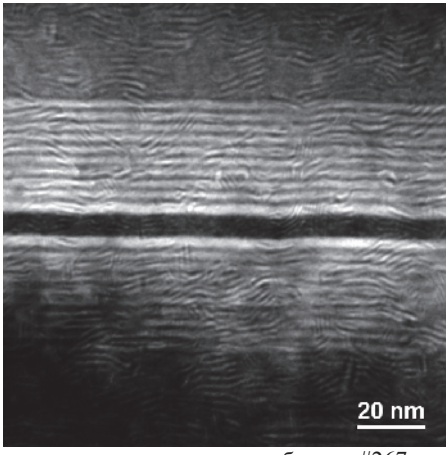


Рис. 2. Изображения наноразмерного слоя образца #267, полученное методом ПЭМ.

1. *М.В. Максимов, И.Л. Крестников, С.В. Иванов, Н.Н. Леденцов, С.В. Сорокин.* Расчет уровней размерного квантования в напряженных ZnCdSe/ZnSe квантовых ямах, ФТП, (1997), 31(8), 939-943.

РЭМ-исследование влияния температуры подложки на синтез нанопроволок Bi методом ВЧ-диодного распыления

Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, А.Ю. Касумов

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

Нанопроволоки висмута являются перспективными кандидатами для исследования состояния топологического изолятора, в котором только поверхность материала проводит электрический ток. Предполагается использовать материалы с такими свойствами в наноэлектронике и спинтронике [1]. Авторами данной работы ранее была предложена методика получения монокристаллических нанопроволок Bi методом ВЧ-диодного распыления [2].

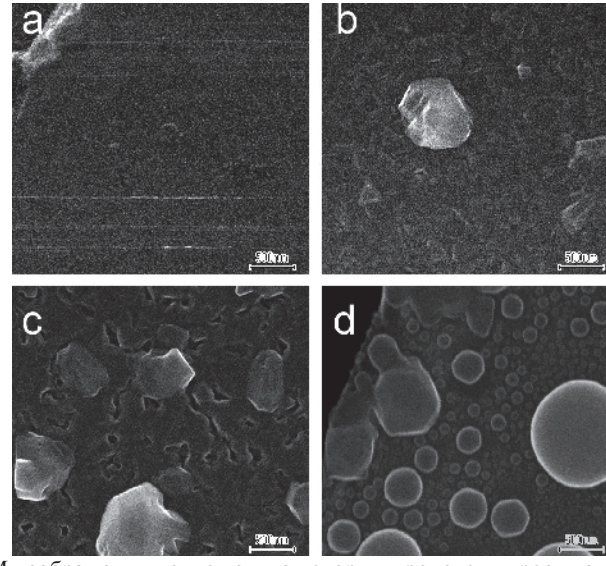


Рис. 1. РЭМ изображения подложек, на которых происходит рост нанопроволок Bi, при различных температурах роста. От a к d температура возрастает.

В работе [2] нанопроволоки были получены на подложках из окисленного кремния распылением Bi со скоростью 6-10 Å/c в течение 10 минут. Было обнаружено, что синтез нанопроволок возможен только в очень узком диапазоне температур – от 210 до 230 С. В данной работе нанесение Bi производилось при температуре подложки от 200 до 250 С. Поверхность пленки Bi, на которой растут нанопроволоки, была исследована в растро-

вом электронном микроскопе (РЭМ). Показано (рис.1), что при температуре менее 210 С поверхность пленки — гладкая. При более высокой температуре (до 230 С) на поверхности пленки наблюдается большое количество кристаллитов Bi. Этот диапазон температур (210-230 С) оптимален для синтеза нанопроволок. При дальнейшем повышении температуры кристаллиты Bi становятся менее выраженными, а затем пленка представляет собой уже разрозненные «капли» Bi круглой формы. Таким образом, для формирования нанопроволок Bi необходимо повышать температуру подложки, однако не допускать плавления пленки Bi, на которой формируются нанопроволоки.

Работа была выполнена при поддержке Российского фонда фунадментальных исследований и Министерства инвестиций и инноваций Московской области, грант № 14-48-03664.

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.

Особенности разрушения и оценки эффективной поверхностной энергии конструционных материалов

В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Величина эффективной поверхностной энергии материала определяет его сопротивление разрушению. Характеристики структуры материала и поверхности разрушения во многом определяют эту величину.

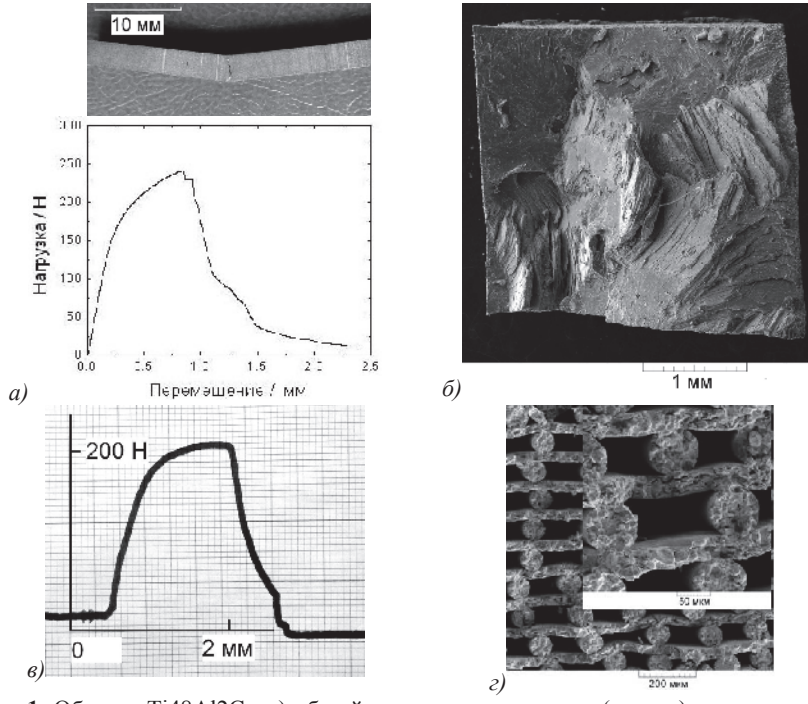


Рис. 1. Образец Ti48Al2Cr: а) общий вид после испытания (сверху) и зависимость нагрузка – перемещение точки приложения нагрузки при испытании, б) поверхность разрушения; $g_1 = 16 \cdot 10^3$ Дж/м^2. Мо образец с полыми каналами: в) зависимость нагрузка – перемещение (температура испытаний 1400^{o}C), г) поверхность разрушения; $g_2 = 25 \cdot 10^3$ Дж/м^2.

Оценка эффективной поверхностной энергии g определялась по результатам испытаний образцов на трехточечный изгиб до разрушения с реги-

страцией нагрузки Q и перемещения x точки приложения нагрузки к образцу: $g = \frac{1}{2S}\int_x Q(x)dx$,. где где s – площадь поперечного сечения образца.

Устанавливалсь корреляция между материалами образцов, организацией их структуры, особенностями поверхности разрушения и величинами g. В качестве примеров приведены некоторые результаты экспериментов: на рис. 1а, 1б - для образца с размерами ~ 3x3x40 мм^3 из сплава Ti48Al2Cr; на рис. 1в, 1г - для образца с размерами ~ 5x5x35 мм^3 из отожженного технически чистого молибдена с цилиндрическими каналами, параллельными продольной оси образца; на рис. 2- для композитного (Al_2O_3 – $CaAl_{12}O_{19}$) / Ti48Al2Cr образца с размерами диаметром ~ 3 мм и длиной 40 мм (диаграмма нагрузка – перемещение имеет вид, качественно подобный приведенным на рис. 1а, 1в).

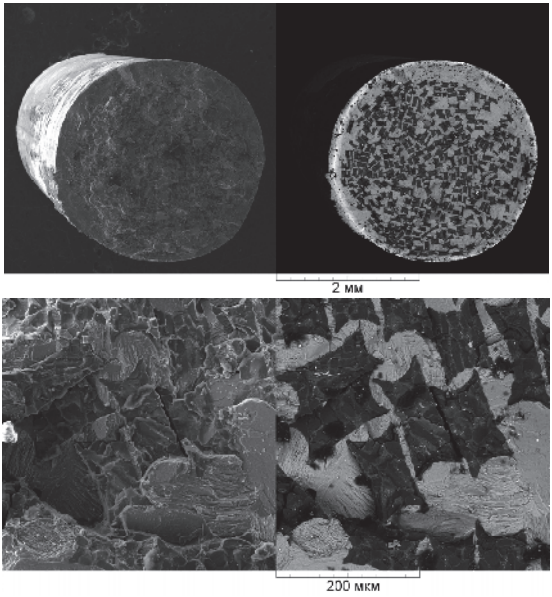


Рис. 2. Поверхность разрушения образца (Al_2O_3 – $CaAl_{12}O_{19}$) / Ti48Al2Cr (во вторичных электронах – слева, в отраженных - справа); $g_3 = 0.91 \cdot 10^3$ Дж/м^2.

Установлено, что эффективная поверхностная энергия увеличивается с ростом прочности материалов и развитости поверхностей разрушения.

Фрактограммы и работа разрушения волокнистого Al_2O_3/Mo композита

В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Композитные образцы были изготовлены по методу внутренней кристаллизации [1], при котором в каналах молибденового каркаса - матрицы (рис. 1а,б) - из расплава оксида алюминия формируются сапфировые монокристаллические волокна (рис. 1 в, г).

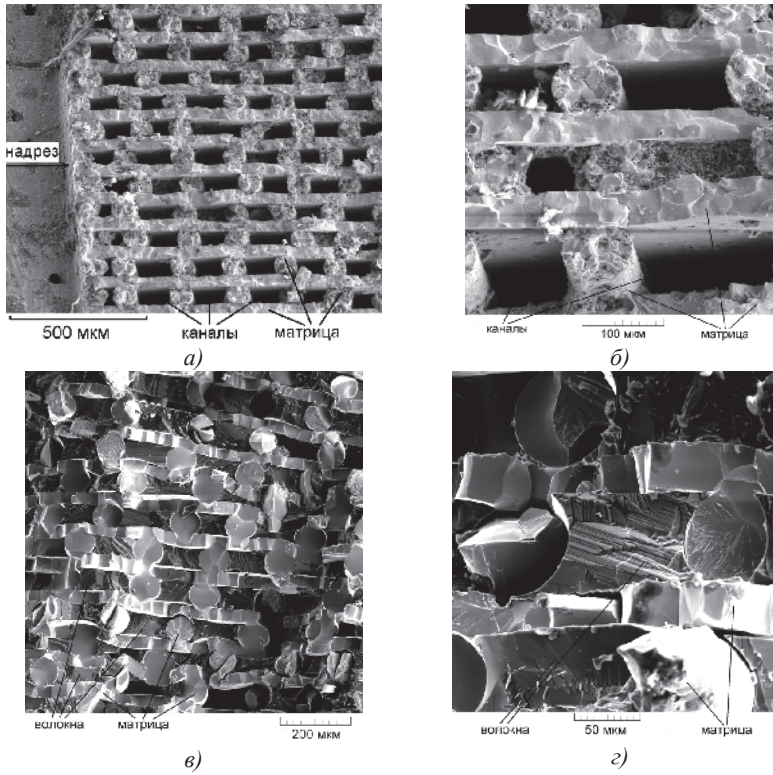
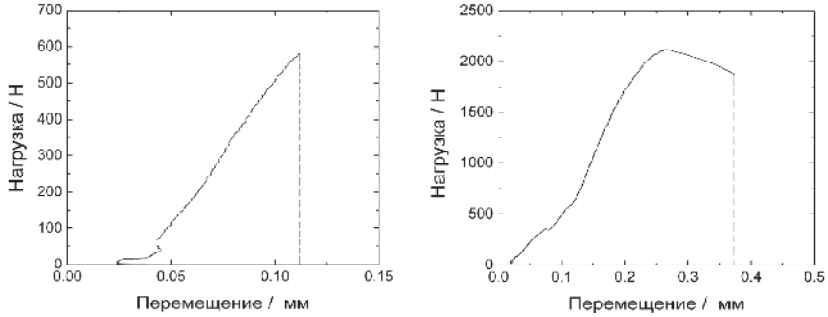


Рис. 1. Поверхности разрушения образцов в поперечном направлении: а), б) молибденового каркаса и в), г) композитного образца Al_2O_3/Mo, фотоснимки образцов получены посредством СЭМ на установке Vega TS5130MM.

Образцы, подготовленные к испытаниям, имели форму стержней прямоугольногосечения с размерами 5x15x60 мм^3 с надрезом до середины высоты ~ 15/2 мм, кончик надреза показан стрелкой на рис. 1а. Образцы были испытаны на трехточечный изгиб при комнатной температуре.



а) *б)*

Рис. 2. Зависимость перемещения точки приложения силы к образцам (прогиб образца) от величины нагрузки: а) образца из молибденового каркаса, б) образца из композита Al_2O_3/Mo.

Работа разрушения образцов A вычислялась как $A = \int_x F(x)dx$, где F– нагрузка, прикладываемая к образцу, а x - перемещение точки приложения нагрузки к образцу в процессе испытания (см. рис.2). Эффективная поверхностная энергия разрушаемого при распространении трещины в поперечном сечении образца g определялась как $g = A/2S$, где S – площадь поперечного сечения разрушаемой трещиной части образца. Получено, что g_c композита составляет 4300 Дж/м^2, g_m молибденового каркаса («матрицы» - без волокон) 280 Дж/м^2, при g_f волокон ~ 1 Дж/м^2 и при их объемной доле в композите $v_f \sim 0.3$, результат существенно превосходит простую оценку по правилу смесей $g_c > g_f\ v_f + g_m (1 - v_f)$, - при разрушении такой сложной композитной структуры (см. рис.1) работает синергетический эффект.

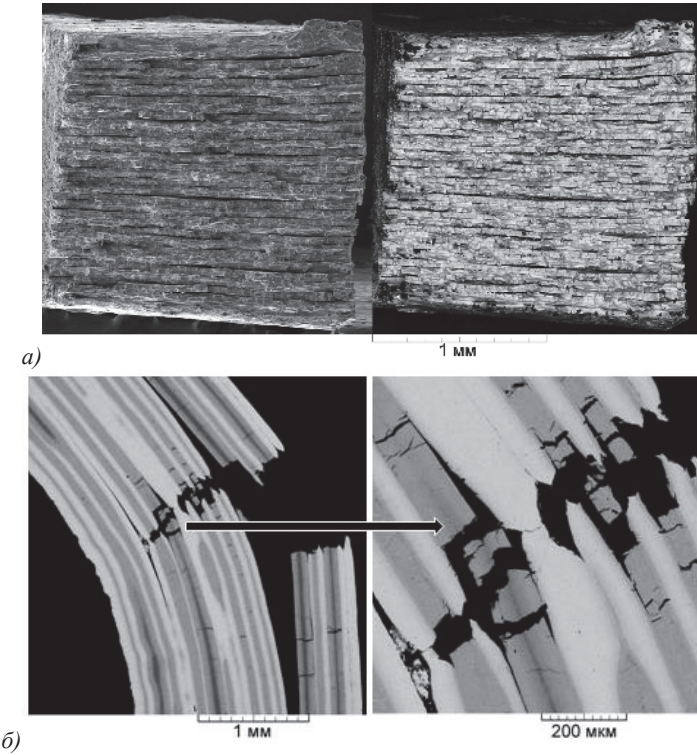
1. *С.Т. Милейко, В.И Казьмин*. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

Структура и характеристики разрушения слоистых Ni-Al композитов

В.М. Кийко, В.П. Коржов

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Устанавливалась корреляция между особенностями структуры слоистых Ni-Al композитов и величинами, характеризующими их прочность, трещиностойкость и эффективную поверхностную энергию.

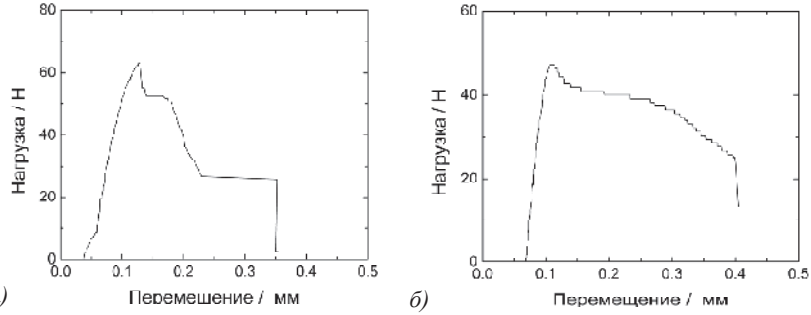


а)

б)

Рис. 1. а - поверхность разрушения образца с t_{Ni}/t_{Al} = 2.8, слева – во вторичных электронах, справа – в отраженных; б – структура образца с t_{Ni}/t_{Al} = 2.1 после разрушения в продольном сечении во вторичных электронах с макроскопической трещиной.

Образцы изготавливались методом горяего прессования пакетов алюминиевых и никелевых фольг [1], в результате которого формировалась структура, содержащая слои твердых растворов алюминия в никеле (светлые полосы на рис.1б) и слои интерметаллидов Ni-Al (темные полосы на рис.1б). Организация такой структуры нацелена на получение жаропрочных и трещиностойких слоистых материалов. Состав образцов задавался различным исходным отношением толщин фольг никеля к алюминию t_{Ni}/t_{Al} (см. рис. 1 и рис.2). Кроме того, варьировались режимы горячего прессования, формирующего различные структуры.



а) б)

Рис. 2. Зависимости нагрузка – прогиб (перемещение точки приложения силы к образцу) при испытаниях на трехточечный изгиб образцов с t_{Ni}/t_{Al} = 1,4 с надрезом; а – нагрузка прикладывалась перпендикулярно слоям структуры, $g_1 = 7.0 \cdot 10^3$ Дж/м^2, $K_1^* = 14$ МРа·м$^{1/2}$; б – нагрузка прикладывалась параллельно слоям структуры, $g_2 = 6.5 \cdot 10^3$ Дж/м^2, $K_2^* = 7.7$ МРа·м$^{1/2}$.

Далее, образцы в форме стержней квадратного сечения испытывались при трехточечном изгибе. Зависимости нагрузка – прогиб (рис. 2) и поверхности разрушения образцов (рис. 1а), а также рис. 1б свидетельствуют о нехрупком характере разрушения. Величины прочности составили ~ 500-2000 МПа в зависимости от исходных составов t_{Ni}/t_{Al}, режимов изготовления композитов и направления приложения нагрузки к образцам относительно структуры при испытаниях; результаты испытаний, - два примера приведены на рис.2,- позволили оценить трещиностойкость K* [2], удельную работу разрушения и далее эффективную поверхностную энергию g.

1. 1. *В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Кийко.* Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями. Физика и техника высоких давлений, 2010, 4, 10-108.

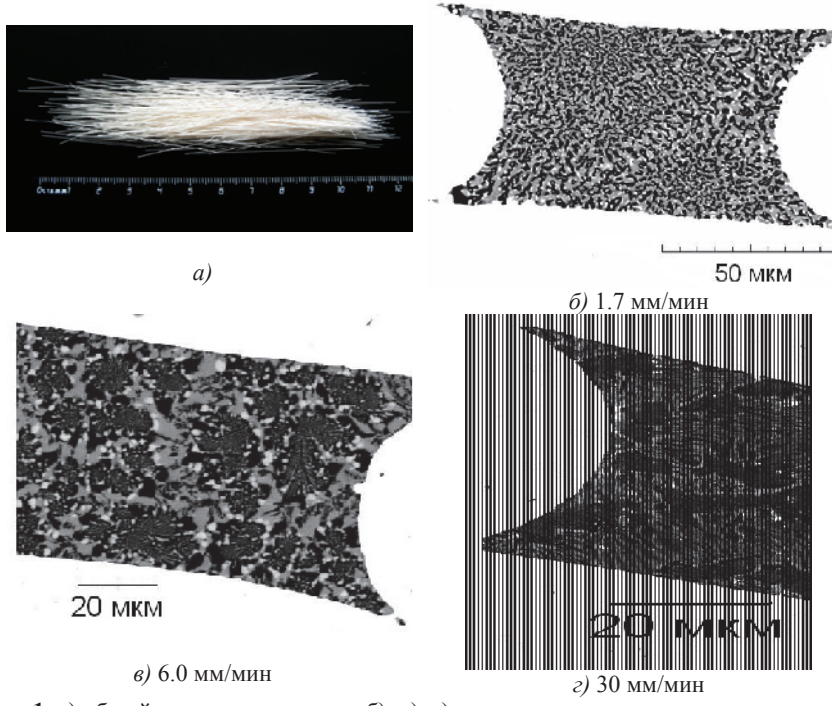
2. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. Annual book of ASTM standards. E399-90, 03. 01. 1997.

Структура и прочность волокон на основе оксидов редкоземельных элементов

В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, В.Н. Курлов

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Волокна, представленные в работе, получены методом внутренней кристаллизации [1] из расплавов смесей оксидов эвтектических составов.



а) *б)* 1.7 мм/мин

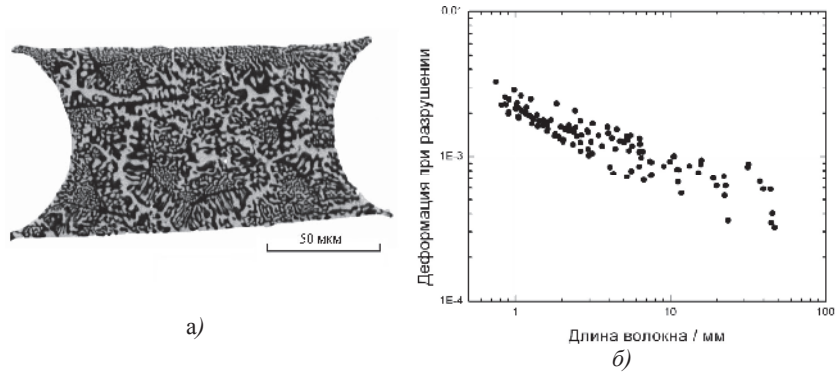
в) 6.0 мм/мин *г)* 30 мм/мин

Рис. 1. а) общий вид пучка волокон; б), в), г) поперечные сечения волокон эвтектического состава Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2, полученых при различных скоростях вытягивания (скорости указаны в подписях к фотоснимкам), области черного цвета - Al_2O_3, серого - $Y_3Al_5O_{12}$, белого - ZrO_2.

Предварительно изготовленный в форме образца молибденовй каркас с полыми однонаправленными цилиндрическими каналами – формообразователями волокон - заполняется расплавом оксидов при высокой теперату-

ре, а затем образец охлаждается вытягиванием в холодную зону, и в результате кристаллизации расплава в каналах в молибденовом каркасе - матрице образуются волокна. Далее, молибденовый каркас, как вспомогательный, может быть удален.

В работе получены серия волокон эктектических составов [2]: Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2, Al_2O_3-$AlGdO_3$, Al_2O_3-$AlSmO_3$, Al_2O_3-$Tb_3Al_5O_{12}$,. Al_2O_3-$Dy_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3-$Er_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3-$Tm_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3-$Yb_3Al_5O_{12}$, Al_2O_3-$Lu_3Al_5O_{12}$ и других. Вариации составами и режимами кристалиизации позволяют получать волокна с различными структурами и различными свойствами.



а) *б)*

Рис. 2. а) поперечное сечение волокна эвтектического состава Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$ (области черного цвета - Al_2O_3, серого - $Y_3Al_5O_{12}$), а также б) результаты испытанй волокон этого же состава на изгиб.

В качестве примеров на рис.1б,в,г и рис. 2а показаны структуры некоторых волокон (снимки образцов получены с использованием СЭМ на установке Vega TS5130MM), а также показаны (рис. 2б) результаты испытаний волокон при комнатной температуре по методике [3].

Эти волокна могут быть использованы в качестве армирующих в жаропрочных конструкционных композитных материалах с различными матрицами, - см., например, [4].

1. *С.Т. Милейко, В.И Казьмин*. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

2. ACer-NIST. Phase equilibria diagrams. CD-Rom Database, Version 3.0, 2004.

3. V.M. Kiiko, S.T. Mileiko. Evaluation of the room-temperature strength of oxide fibres produced by the internal-crystallization method //Compos. Sci. Technol., 1999, V.59, Is.13, 1977-1981.

4. *С.Т. Милейко*. Будущее композитов и композитоведения. Наука производству, 2007, 2, 10-24.

Жаропрочные композиты с эвтектическими волокнами и молибденовой матрицей: структура и прочность при высокой температуре

В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, В.Н. Курлов

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Результаты, представленные в работе, получены на образцах, изготовленных с использованием метода внутренней кристаллизации [1].

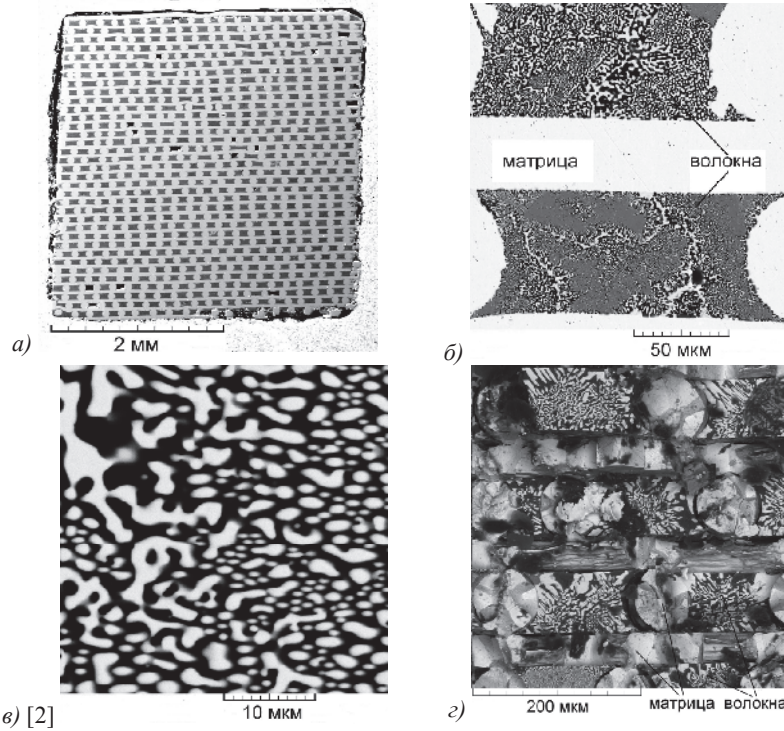


Рис. 1. а) общий вид поперечного сечения композитного образца ($GdAlO_3$-Al_2O_3) / Mo , темные «точки» – волокна, светлое поле – молибденовая матрица; б) участок поперечного сечения образца; в) участок поперечного сечения волокна эвтектического состава $GdAlO_3$-Al_2O_3 (области черного цвета - Al_2O_3, белого – $GdAlO_3$); г) поверхность разрушения образца.

Предварительно изготовленный в форме образца молибденовый каркас с полыми однонаправленными цилиндрическими каналами – формообразо-

вателями волокон - заполняется расплавом заданной смеси оксидов- в данной работе эвтектического состава [2, 3] - при высокой температуре, а затем образец охлаждается вытягиванием в холодную зону, и в результате кристаллизации расплава в каналах молибденового каркаса – матрицы- образуются волокна, состав которых указан в Табл.1. Поперечные шлифы полученных таким образом композитных образцов, - ($GdAlO_3$-Al_2O_3)/Mo в качестве примера, - с однонаправленной волокнистой структурой показаны на рис. 1*а*,*б*,*в*, поверхность разрушения образца такого же состава на 1*г* (снимки получены методоми СЭМ на установке Vega TS5130MM.).

Табл.1 Результаты испытаний образцов на прочность при трехточечном изгибе при температуре 1400°C, σ_c – прочность композита, σ_f – прочность волокна, * - образцы изготовлены в различных режимах.

Состав волокон	σ_c / МПа	σ_f / МПа
Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2	150-200*	280-420
Sc_2O_3-Al_2O_3	200	420
$LaAlO_3$-Al_2O_3	190	400
$SmAlO_3$-Al_2O_3	230	550
$GdAlO_3$-Al_2O_3	160-290*	300-740
$Dy_3Al_5O_{12}$-Al_2O_3	190	400
$Er_3Al_5O_{12}$-Al_2O_3	230	550
$Tm_3Al_5O_{12}$-Al_2O_3	170	340
$Yb_3Al_5O_{12}$-Al_2O_3	160	300
$Lu_3Al_5O_{12}$-Al_2O_3	240	570

Испытания образцов на жаропрочность проводились в вакуумной камере. Оценка прочности волокон (см. Табл.1) σ_f проводилась с использованием правила смесей: $\sigma_c = \sigma_f \cdot v_f + \sigma_f \cdot v_m$, $v_f + v_m = 1$, прочность матрицы $\sigma_m = 98$ МПа, объемная доля волокна $v_f = 0.3$.

1. *С.Т. Милейко, В.И Казьмин*. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

2. *В.М. Кийко, А.Н. Толстун, В.Н. Курлов, А.А. Колчин, Н.И. Новохатская, С.Т, Н.С.Саркисян, М.Ю. Старостин, С.Т. Милейко.* Микроструктура и механические свойства эвтектических оксидных волокон, получаемых методом внутренней кристаллизации. Наука-производству, 2007, 6(99), 5-14.

3. ACer-NIST. Phase equilibria diagrams. CD-Rom Database, Version 3.0, 2004.

Исследование методом атомно-силовой микроскопии шероховатости вытравленной области в структурах на основе арсенида галлия

В.С. Климин, Н.Н. Петров, А.В. Еськов

Южный федеральный университет, 347922 Ростовская область г. Таганрог, Ростовская обл., Россия

Атомно-силовая микроскопия является одним из наиболее перспективных методов исследования рельефа поверхности, прошедшую обработку. Большим достоинством данной методики является возможность получения нанометрового разрешения без использования вакуума[1].

Целью данной работы являлось исследование методом атомно-силовой микроскопии качества поверхности структуры и анизотропии профиля на основе арсенида галлия после плазмохимического травления в плазме смеси BCl3/Ar в комбинированной плазме емкостного и индуктивного разряда.

В качестве экспериментальных образцов были использованы фрагменты пластин GaAs, имеющие поверхность после стандартной жидкостной полировки. Подготовка подложки арсенида галлия заключалась в том, что на поверхности наносился рисунок из защитной маски плазмостойкого фоторезиста. Контроль поверхности после обработки в плазме проводился посредством зондовой нанолаборатории NTegra с использованием «полуконтактного» режима. Для образцов, обработанных в плазме на первом этапе, были получены АСМ-изображения. По полученным АСМ- изображениям строилась профиллограмма, по которой определялась глубина вытравленного слоя. Так же с помощью специализированного пакета «Image Analysis» оценивалась шероховатость вытравленной поверхности. Перед проведением измерений на микроскопе фоторезистивная маска удалялась.

На рисунке 1 показаны АСМ-изображение и профиллограмма полученные сканированием образца вытравленного при мощности источника индуктивно-связанной плазмы $W_{ИСП}$ = 400 Вт в течение t = 2 минут.

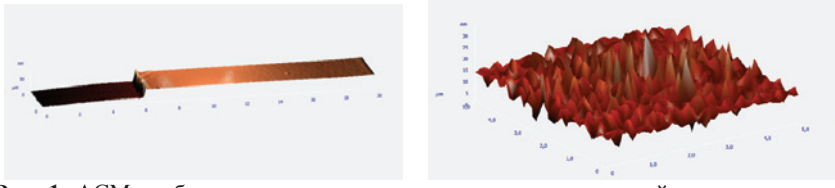


Рис. 1. АСМ-изображение вытравленного слоя и вытравленной поверхности слоя GaAs при $W_{ИСП}$ = 400 Вт.

На рисунке 2 показаны АСМ-изображение и профиллограмма полученные сканированием образца вытравленного при мощности источника ем-

костной плазмы $W_{РИТ}$ = 70 Вт в течение t = 1 минуты. Толщина вытравленного слоя составила h = 480,4 нм. Напряжение смещения при данном режиме составило $U_{см}$ = 154 В.

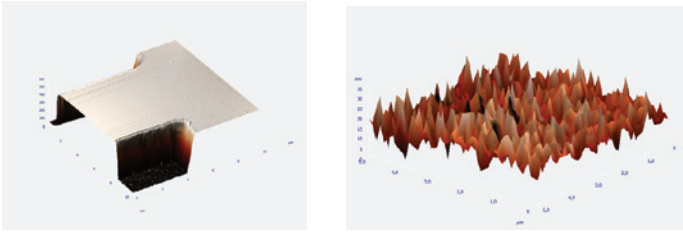
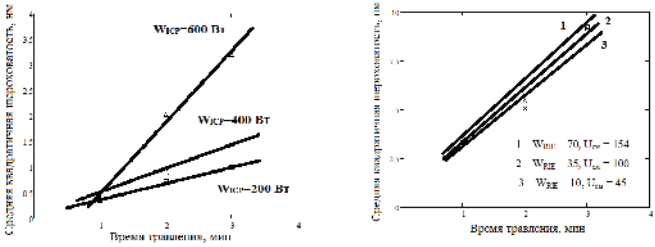


Рис. 2. АСМ-изображение вытравленного слоя и вытравленной поверхности слоя GaAs при $W_{РИТ}$ = 70 Вт.

Зависимости средней квадратичной шероховатости вытравленной области от времени травления для различных мощностей источника индуктивно-связанной и емкостной плазмы показана на рисунке 3.



а) *б)*

Рис. 3. Зависимость средней квадратичной шероховатости вытравленного слоя GaAs от времени, при различных значениях мощности источника: а) индуктивно-связанной плазмы; б) емкостной плазмы.

Из зависимостей видно, что при наименьших значениях мощности индуктивно связанной плазмы средняя квадратичная шероховатость вытравленной поверхности минимальна, а при увеличении мощности средняя квадратичная шероховатость возрастает. Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №15-19-10006).

1. *Mitrokhin V. I., Rembeza S. I., Sviridov V.V., Yaroslavtsev N. P., Acoustic Probing of Deep Centers in Ш-V semiconductors // Phys. Status Sol. (a). 1990/V. 119 №2 P. 535-544.*

Исследование методом атомно-силовой микроскопии осажденных слоев нитрида и оксида кремния для изделий наносистемной техники

В.С. Климин, Н.Н. Петров

Южный федеральный университет, 347922 Ростовская область г. Таганрог, Ростовская обл., Россия

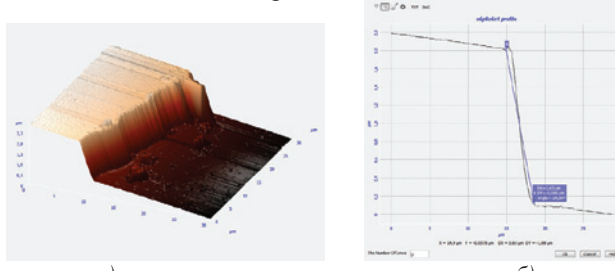
Пленки оксида и нитрида кремния нашли широкое применения в современной микросистемной технике. Наиболее перспективным способом осаждения является осаждения пленок в комбинированной плазме [1]. Атомно-силовая микроскопия является одним из наиболее перспективных методов исследования рельефа поверхности, прошедшую обработку. Большим достоинством данной методики является возможность получения нанометрового разрешения без использования вакуума[2].

Целью работы было исследование зависимости толщины осажденного слоя оксида и нитрида кремния от различных значений источника мощности ИСП плазмы, методами АСМ.

Контроль поверхности после обработки в плазме проводился посредством зондовой нанолаборатории NTegra с использованием «полуконтактного» режима. Для образцов, обработанных в плазме на первом этапе, были получены АСМ-изображения. По полученным АСМ- изображениям строилась профиллограмма, по которой определялась глубина вытравленного слоя. Так же с помощью специализированного пакета «Image Analysis» оценивалась шероховатость вытравленной поверхности.

На рисунке 1 показаны АСМ-изображение, профилограмма осажденного слоя оксида кремния.

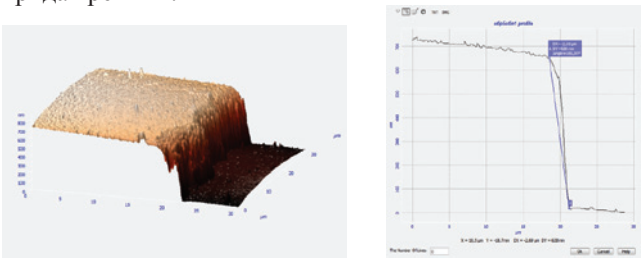
Основной текст – размер 10, прямой текст, с выравниванием по ширине, с включенным автоматическим переносом.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения образца с осажденной пленкой оксида кремния: а) АСМ-изображение; б) профилограмма осажденного слоя.

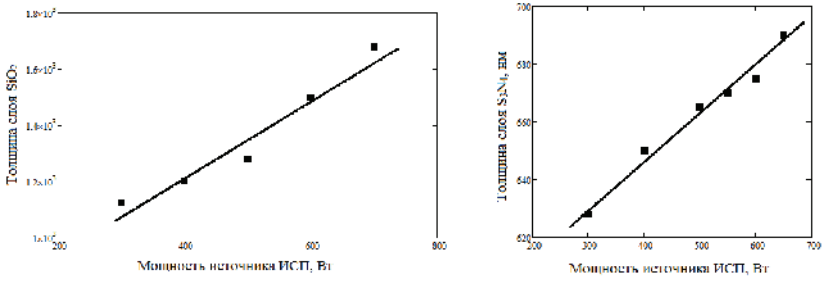
На рисунке 2 показаны АСМ-изображение, профилограмма осажденного слоя нитрида кремния.



а) *б)*

Рис. 2. Изображения образца с осажденной пленкой нитрида кремния: а) АСМ-изображение; б) профилограмма осажденного слоя.

По результатам экспериментов была построены зависимости толщины осажденного слоя от мощности, подаваемой на источник индуктивно - связанной плазмы (рисунок 3).



а) *б)*

Рис. 3. Зависимость толщины осажденного слоя от мощности источника ИСП плазмы для пленок: а) оксида кремния; б) нитрида кремния.

Таким образом, по результатам проведенных исследований методами АСМ была получена зависимость толщины осаждаемого слоя оксида и нитрида кремния, которая может применяться в различных областях микросистемной техники и наноэлектроники. Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №15-19-10006).

1. *S.A. Bashkirov, V.V. Lazenka, V.F. Gremenok, and K. Bente. J. Adv. Microsc. Res., 2011, 6, 153-158. 16. Shchukin V., Scholl E., Kratzer P. Thermodynamics and Kinetics of Quantum Dot Growth // Semiconductor Nanostructures / ed. Bimberg D. – Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2008.*

2. *Daweritz L., Ploog K. Contribution of reflection high-energy electron diffraction to nanometre tailoring of surfaces and interfaces by molecular beam epitaxy // Semicond. Sci. Tech. – 1994. – Vol. 9, № 2. – P. 123-136.*

Микроскопическое изучение анодированной поверхности прессованных порошков губчатого титана

А.Н. Кокатев[1], К.В. Степанова[1], А.М. Шульга, А.И. Шелухина[2], В.Е. Толстик[2]

1 Петрозаводский государственный университет,
Россия, 185910, Республика Карелия, г. Петрозаводск, пр. Ленина, 33
2 ГНУ «Институт порошковой металлургии»,
Беларусь, 220005, г. Минск, ул. Платонова 41

Перспективным способом наноструктурирования поверхности целого ряда металлов, в том числе Al, Ti, Nb, Ta, является электрохимическое анодирование, приводящее к формированию на их поверхности оксидных пленок с регулярно расположенными порами/трубками наноразмерного диаметра. Интерес к ним обусловлен как уникальной самоорганизованной структурой, так и широким спектром применений, например в нано- и биотехнологиях, фотокатализе, медицине.

Данная работа посвящена исследованию влияния анодирования во фторсодержащем электролите на структуру поверхности пористых порошковых материалов (ППМ) из губчатого порошка Ti методами атомно-силовой (АСМ) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Объектами исследования являлись образцы ППМ, изготовленные из губчатого порошка технически чистого Ti фракции 0.63-1.0 с величинами удельной поверхности: 1350 $см^2/г$ и 12600 $см^2/г$.

Анодирование проводилось в водном растворе 10% H_2SO_4 + 0.15% HF, как в вольтстатическом (ВСР), так и гальваностатическом режимах (ГСР) при варьировании условий процесса (напряжения, плотности тока, температуры электролита и времени анодирования).

Для исследования морфоструктуры образцов была впервые применена полуконтактная атомно-силовая микроскопия. АСМ исследования выполнялись на сканирующем зондовом микроскопе «Солвер некст» (НТ-МДТ, Россия) по специально разработанной для порошковых материалов методики. Параллельно проводилось изучение морфологии поверхности образцов методом СЭМ на микроскопе высокого разрешения «Mira» фирмы «Tescan» с микрорентгеноспектральным анализатором «INCA Energy 350».

Электронно-микроскопическое исследование различных участков поверхности образцов до анодирования показало, что морфоструктура поверхностного слоя является достаточно однородной с небольшим количеством микровыступов с линейными размерами до 0.5 мкм (рис.1а, б).

Установлено, что при анодировании в 10% H_2SO_4 + 0.15% HF в оптимальных условиях ГСР при плотности тока (0.1 - 0.15) $мА/см^2$, непродолжи-

тельного времени анодирования ~ 60 мин и температуры электролита (20-30)°С на поверхности образцов происходит формирование самоорганизованной анодно-оксидной пленки (АОП) нанопористого типа (рис.1в, г) толщиной до 500 нм.

Показано, что эффективный диаметр пор составляет $d_п$= (45±15) нм для образцов ППМ с удельной поверхностью 1350 $см^2/г$ (рис.1в, г), тогда как увеличение на порядок удельной поверхности вызывает формирование АОП с $d_п$= (25±10) нм, причем данные, полученные методом АСМ (рис.1в) хорошо соответствуют результатам СЭМ (рис.1г).

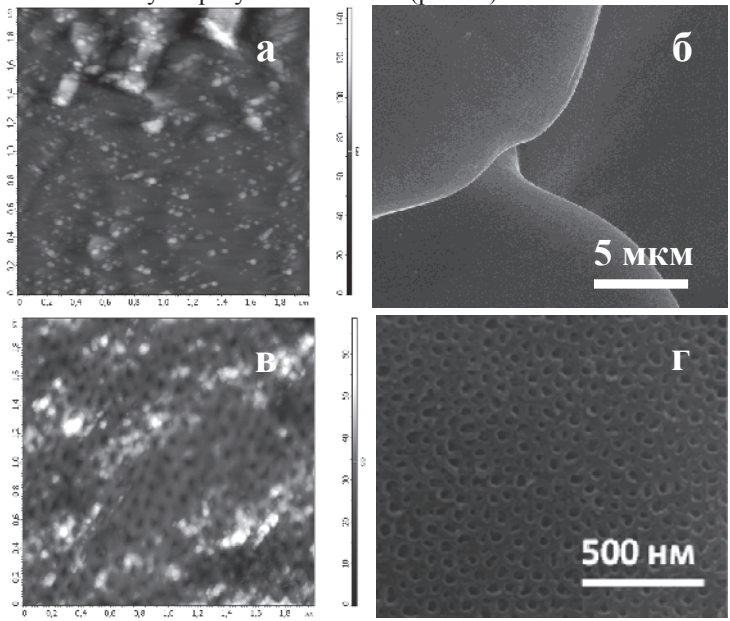


Рис.1. АСМ- (а, в) и СЭМ-изображения (б, г) поверхности образцов губчатого титана до (а, б) и после анодирования при оптимальных условиях процесса (в, г).

Таким образом, анодирование ППМ из губчатого титана во фторсодержащем водном электролите позволяет сформировать на поверхности микрочастиц порошка устойчивую нанопористую АОП, что весьма перспективно при использовании губчатого титана в качестве каталитически активных и биосовместимых материалов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ грант №15-58-04086 Бел_мол_а и БРФФИ по договору Т15РМ-062.

Спектры КРС графена на медных и стеклянных подложках

Е.А. Колесов[1], М.С. Тиванов[1], О.В. Королик[1], И.В. Комиссаров[2], Н.Г. Ковальчук[2], В.Ф. Гременок[3]

1 Белорусский государственный университет, 220030, г. Минск, пр-т Независимости 4, Беларусь, tivanov@bsu.by
2 Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, 220013, г. Минск, П. Бровки 6, Беларусь
3 «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению», 220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь

Перспективность исследований графена обусловлена уникальностью его физических свойств [1], на которые может оказывать влияние подложка. В то же время для применения в наноэлектронике требуются графеновые слои на различных подложках [2].

Экспериментальные образцы графеновых структур были синтезированы химическим осаждением из газовой фазы на медную фольгу. После синтеза графен был перенесен на стекло с помощью химического травления. Спектры КРС были получены на конфокальном КР-спектрометре Nanofinder HE.

На Рис. 1 приведены характерные спектры КРС графена на медной и стеклянной подложках. Наличие графена подтверждается соотношением максимальных интенсивностей пиков I_{2D}/I_G и формой пика 2D [1].

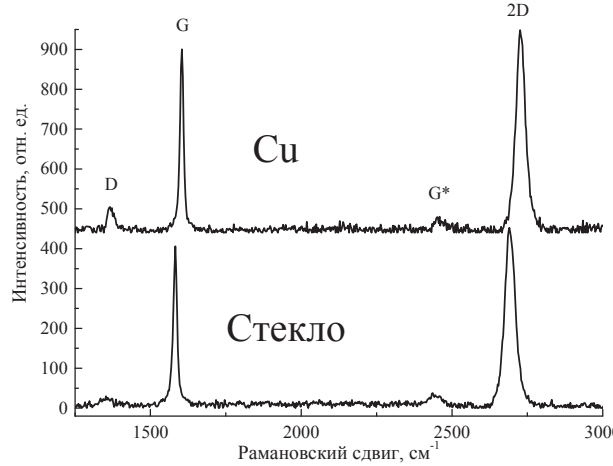
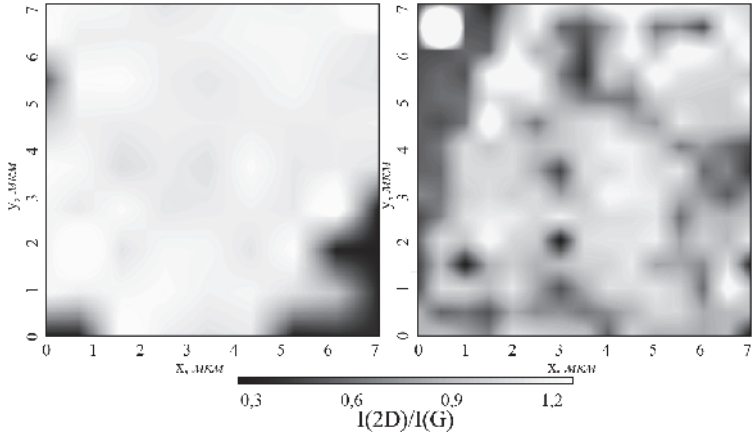


Рис. 1. Характерные спектры КРС графена меди и стекле.

Как следует из рисунка, положения линий КРС для графена на меди смещены в область бóльших волновых чисел. Основные возможные причины данного эффекта – механические напряжения, вносимые медной подложкой [3] и наличие легирующих примесей [4]. В связи с тем, что после переноса на стеклянную подложку положения линий приняли нормальные значения [1], мы полагаем пренебрежимо малым вызванное легированием смещение.

На Рис. 2 представлены рамановские карты соотношения I_{2D}/I_G для экспериментальных образцов. Из рисунка следует, что образцы покрыты графеном, причем после переноса на стеклянную подложку в структуре материала образовались дефекты микроскопических размеров.



а) *б)*

Рис. 2. Рамановские карты (7×7 мкм) I_{2D}/I_G для графена на медной (а) и стеклянной (б) подложках. Шаг сканирования – 0,4 мкм.

Таким образом, после переноса графена на стекло наблюдается уменьшение влияния подложки на его фононные свойства вследствие высвобождения механических напряжений. Появление микроскопических дефектов в структуре графена после переноса можно связать с механическими повреждениями материала при травлении медной подложки и в процессе переноса.

1. *A.C. Ferrari, J.C. Meyer, V. Scardaci, et al*. Physical Review Letters, 2006, 97, 187401.

2. *W. Choi, I. Lahiri, R. Seelaboyina, and Y.S. Kang*. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 2010, 35, 52-71.

3. *O. Frank, J. Vejpravova, V. Holy, et al*. Carbon, 2014, 68, 440-451.

4. *M. Kalbac, A. Reina-Cecco, H. Farhat, et al*. ACS Nano, 2010, 4, 6055-6063.

Применение метода энергодисперсионного рентгеновского микроанализа для исследования элементного состава креста-энколпиона

Н.Н. Колобылина[1], Д.Е. Петренко[1], Э.А. Грешников[1], Е.А. Созонтов[1], А.И. Терещенко[1], М.В. Ковальчук[1,2], Е.Б. Яцишина[1,2], А.Л. Васильев[1,2]

1. Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия
2. Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва

В настоящее время, применение естественнонаучных методов становится необходимым в практике гуманитарных исследований [1]. Современная электронная микроскопия совместно с микроанализом широко используется в решении задач изучения всевозможных объектов культурного наследия, отвечая на ряд важных вопросов: микроструктура и элементный состав материала объекта и, как вывод, - определение географического региона сырья, а в некоторых случаях, ориентировочное время изготовления артефакта.

Кресты-энколпионы, отобранные для анализа и один из которых представлен на рис.1а, представляют исключительный интерес как один из древнейших предметов личного благочестия, находившихся в обиходе населения Северо-Восточной Руси и предназначенные для хранения реликвий. Крест изготовлен из цветного металла, методом литья. Основной задачей было определение (неразрушающими методами) элементного состава основного металла креста и элементов чернения энколпиона. Изображения поверхности и измерения элементного состава проводились на сканирующем электронно-ионном микроскопе Helios 600i (FEI Company, США), оборудованный системой энергодисперсионного рентгеновского микроанализа ЭРМ с разрешением 128 эВ. В результате исследований определен элементный состав основного сплава образца. Данные приведены в таблице 1. Как оказалось, крест изготовлен из бронзы. Кроме Cu и Sn обнаружены Si, P, Ca и Pb. Добавки Sn приводят к понижении температуры плавления, а также способствуют более качественному литью, Pb добавляется для улучшения текучести материала, остальные элементы – наиболее вероятно - загрязнение.

Работа выполнена в рамках Соглашения о научном сотрудничестве между НИЦ "Курчатовский институт" и институтом археологии РАН на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС- технологий НИЦ “Курчатовский институт”.

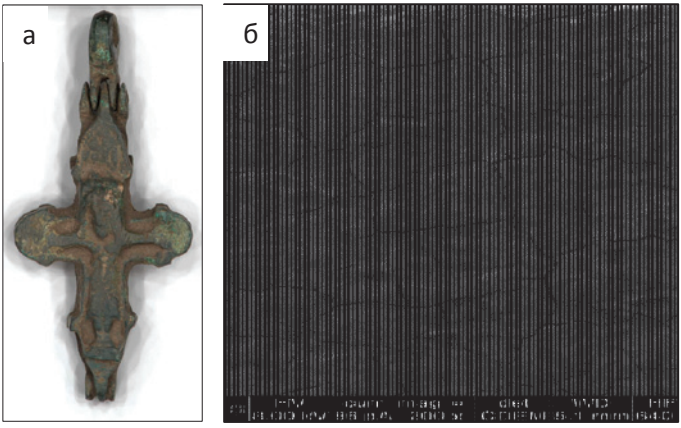


Рис.1. (а) - Изображение креста-энколпиона; (б) - Типичное РЭМ изображение поверхности объекта, полученное во вторичных электронах.

Таблица 1. Результаты энергодисперсионного рентгеновского микроанализа в (ат. %) креста – энколпиона в трех точках.

	Cu	Sn	Si	Pb	Ca	P
1	65.3	15.7	7.5	-	3.8	7.7
2	71.6	12.4	3.2	2	2.4	5.4
3	68.7	18.3	7	1	-	5

1. Материалы совещания-семинара «Естественнонаучные методы в гуманитарных науках», г. Москва, 13 марта 2015 г. // НИЦ «Курчатовский институт». – М., 2015.

Корреляция между исходным составом, режимом получения и структурой слоистых Ni-Al композитов

В.П. Коржов, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Исследовался жаропрочный слоистый композитный материал, структура которого формировалась в процессе ступенчатой диффузионной сварки пакета никелевых и алюминиевых фольг [1].

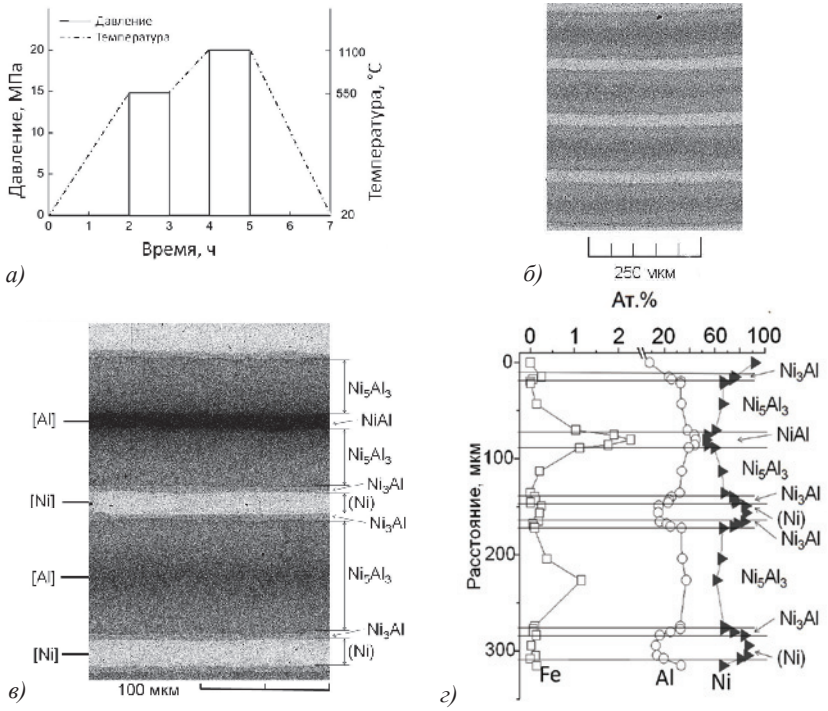
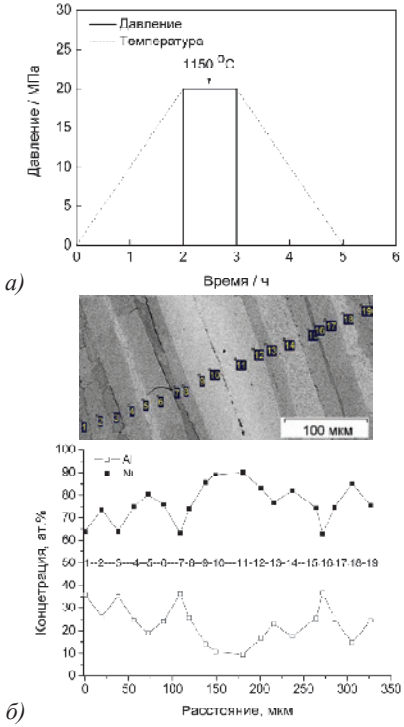


Рис. 1. а) схема режима диффузионной сварки пакета Ni-Al фольг - I-й этап; б) поперечное сечение слоистого композита после сварки пакета с t_{Ni}/t_{Al} = 2,1: наиболее светлые слои – твердый раствор Al в Ni, а более темные – соединения Ni-Al, идентифицированные по результатам рентгеноструктурного микроанализа: в) и г), где (Ni) –твердый раствор алюминия в никеле, [Ni] и[Al] – положения срединных плоскостей Ni и Al фольг в исходном пакекте.

В результате сварки под давлением (рис. 1а) чередующихся фольг никеля и алюминия с различным отношением толщин t_{Ni}/t_{Al} формировалась слоистая композитная структура с достаточно пластичными слоями твердого раствора алюминия в никеле и более прочными, но относительно хрупкими слоями Ni-Al интерметаллидов, пример показан на рис. 1б, в, г.



а)

б)

Рис. 2. а) схема режима термообработки композита – II-й этап; б) результаты поэлементного анализа слоистой структуры композита (сверху) в «точках» 1-19.

Дополнительная термообработка (рис. 2а) была проведена с целью выяснить влияние этого фактора на дальнейшую эволюцию структуры полученного в результате I-го этапа композита. Результаты микроанализа в «точках» приведены на рис. 2б, по данным которого были идентифицированы соединения: 1-Ni_5Al_3, 2-Ni_3Al, 3-Ni_5Al_3, 4-Ni_3Al, 5-(Ni), 6- Ni_3Al, 7- Ni_5Al_3, 8-Ni_3Al, 9-(Ni), 10-(Ni), 11-(Ni), 12-(Ni), 13- Ni_3Al, 14-(Ni),15-Ni_3Al, 16- Ni_5Al_3, 17- Ni_3Al, 18-(Ni), 19-Ni_3Al, (Ni) –твердый раствора алюминия в никеле.

Полученные результаты показывают, что вариации относительного содержания никеля и алюминия t_{Ni}/t_{Al} в исходном пакете фольг, а также выбор режимов диффузионной сварки позволяют изменять характер структуры композита, и, следовательно, его механические свойства.

Снимки и результаты элементного анализа получены на электронном сканирующем микроскопе Tecsan VEGA-II XMU.

1. *В.П. Коржов, М.И. Карпов, В.М. Кийко.* Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями. Физика и техника высоких давлений, 2010, 4, 10-108.

Структура и прочность Ni-Al композитов, упрочненных слоями интерметаллидов

В.П. Коржов, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Особенностью представляемых слоистых материалов [1] является чередование слоев высокопрочных, но хрупких слоев Ni-Al интерметаллидов и относительно пластичных слоев твердых растворов алюминия в никеле, см. рис. 1. Основная роль первых – в обеспечении жаропрочности материала, вторых – в обеспечении трещиностойкости за счет торможения трещин. Кроме того, особая роль в повышении трещиностойкости принадлежит границе раздела между компонентами [2].

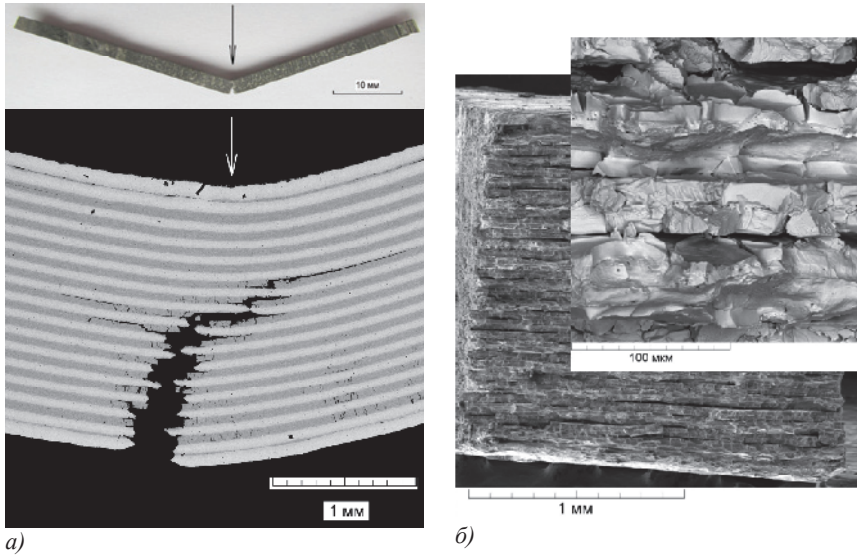
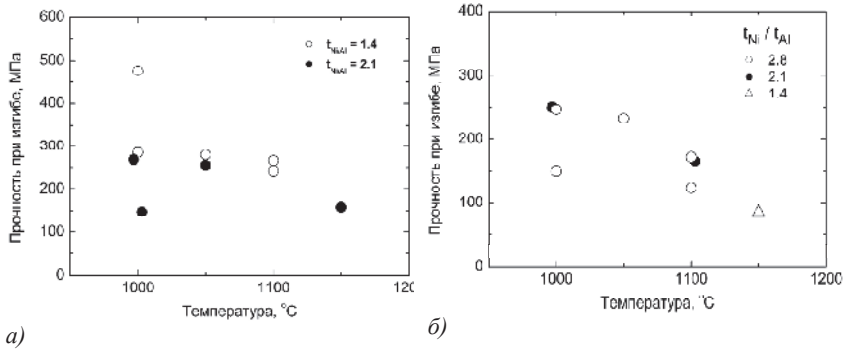


Рис. 1. а) вид образца после испытаний (сверху), - стрелками указано направление приложения нагрузки, - структура продольного сечения образца (светлые слои – твердые растворы алюминия в никеле, более темные интерметаллиды Ni-Al, (снимок СЭМ во вторичных электронах); б) общий вид (во вторичных электронах) поверхности разрушения образца (на заднем плане) и (на вставке) участок поверхности (в отраженных электронах).

Образцы изготавливались методом диффузионной сварки под давлением пакета чередующихся фольг никеля и алюминия с различным отношением толщин t_{Ni}/t_{Al} и в различных режимах - I и II, указанных в подписи к рис. 2. Образцы испытывались при трехточечном изгибе при комнатной температуре и при высоких. Результаты испытаний при высоких температурах показаны на рис. 2. При комнатной температуре образцы разрушались с образованием макроскопической трещины (см. рис. 1а). В области макротрещины наблюдалось множественное растрескивание хрупких интерметаллидных слоев, локальная пластическая деформация («шейкообразование») слоев твердых растворов алюминия в никеле, расслоения по границам фаз и т.п. На эти процессы указывает также развитая поверхность разрушения слоистой структуры (рис. 1б), что в конечном счете приводило к увеличению трещиностойкости материала. Учитывая анизотропию материала, нагрузка к образцам прикладывалась как в направлении, перпендикулярном слоям , так и в параллельном. В первом случае образцы проявляли более высокую прочность.



а) *б)*

Рис. 2. Зависимость прочности образцов от температуры: а) образцы изготовлены в режиме I - (550°C – 1 ч – 15 МПа) плюс (1100°C – 1 ч – 20 МПа), б) образцы изготовлены в режиме II – режим I, охлаждение плюс (1150°C – 1 ч – 20 МПа); нагрузка прикладывалась в направлении, перпендикулярном слоям. В поле графиков указаны значения t_{Ni}/t_{Al}.

Снимки получены методами СЭМ на установке Vega TS5130MM с энергодисперсионным ренгеновским микроанализатором.

1. *В.П. Коржов, В.М. Кийко, М.И. Карпов*. Структура многослойного композита Ni/Al- микрокомпозита, полученного диффузионной сваркой. Материаловедение, 2011, 12, 34-37.

2. J. Cook, J.E Gordon. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems. Proc. Roy. Soc Ser A, 1391(282), 1964, 8, 508-520.

Структура макротрещин и трещиностойкость слоистых композитов на основе Ni-Al

В.П. Коржов, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

В работе исследовались структуры слоистых композитных материалов, полученных горячим прессованием пакета чередующихся фольг никеля и алюминия [1] в зоне разрушения после испытаний образцов на трещиностойкость трехточечным изгибом [2].

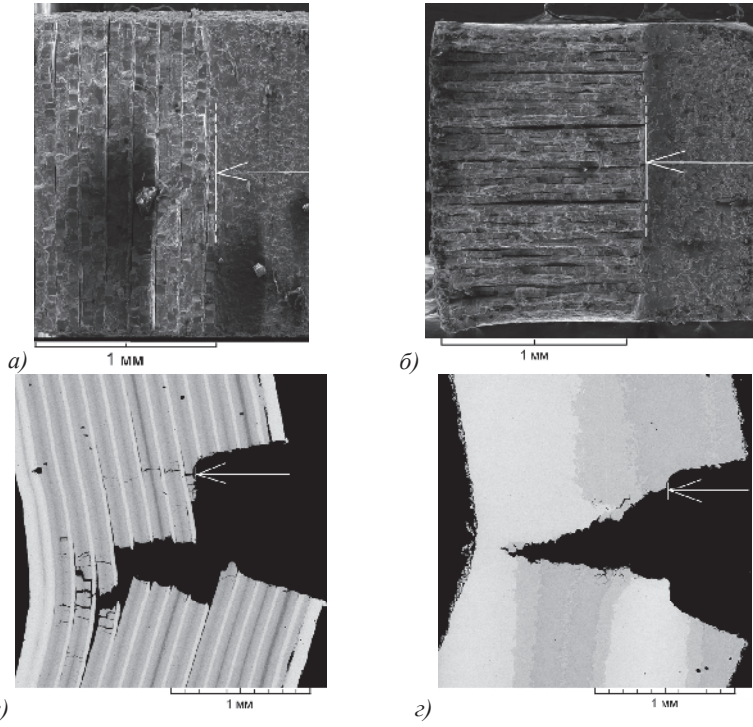


Рис. 1. Поверхности разрушения образцов трещинами, проходящими а) поперек слоев, б) вдоль слоев композитной структуры. Шлифы в зоне трещин: в) поперек слоев, г) вдоль слоев; шлифы перпендикулярны плоскостям рапространения трещин. Стрелками показаны направления распространения макроскопических трещин и границы исходных надрезов в образцах.

В образцах, вырезанных из полученных после диффузионной сварки композитных пластин в форме стержней квадратного сечения, создавались боковые надрезы (рис.1а, 1б), кончики которых служили источниками рапространения трещин при нагружении образцов. Неоднородная структура образцов, в составе которых чередовались слои Ni-Al интерметаллидов и твердых растворов алюминия в никеле [3, 4], более пластичных, чем интерметаллидные, приводила к развитым поверхностям разрушения (рис.1а, 1б) и образованию микротрещин в зоне макроскопической трещины в слоях достаточно хрупких интерметаллидов, расслоениям по границам слоев, пластической деформации слоев твердых растворов и т.п. (рис.1в). Такой процесс разрушения приводил к значениям трещиностойкости, превосходящих значения, характерные для структур, содержащих хрупкие компоненты. Трещиностойкость, выраженная в значениях критического коэффициента интенсивности напряжений K*, составила более 20 МПА·м$^{1/2}$. То есть трещиностойкость таких композитных материалов приближается к трещиностойкости высокопрочных металлических сплавов, превосходя соответствующие значения для интерметаллидных соединений. Процесс разрушения композитной структуры при распространении макротрещины вдоль слоев отличается от описанного, имея менее развитую зону микроразрушения в зоне макротрещины (рис. 1г), что приводило к меньшим значениям измеренных величин K*. Выбор исходных отношений толщин фольг никеля и алюминия, режимов диффузионной сварки позволяет в значительных пределах изменять формируемую слоистую стуктуру [5, 6] и, следовательно, ее механические свойства.

1. *В.П. Коржов, В.М. Кийко, М.И. Карпов*. Структура многослойного композита Ni/Al- микрокомпозита, полученного диффузионной сваркой. Материаловедение, 2011, 12, 34-37.

2. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. Annual book of ASTM standards. E399-90, 03. 01. 1997.

3. *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.

4. *Б.А. Гринберг, М.А. Иванов*. Интерметаллиды Ni_3Al и TiAl: микроструктура, деформационнное поведение / Екатиринбург: УрО РАН, 2002. – 360 с.

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.

6. *В.М. Кийко, В.П. Коржов.* Влияние исходного состава на формирование структуры слоистого композита на основе Ni-Al. XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел РЭМ-2015, 1 – 4 июня 2015 года, Черноголовка, Тезисы докладов, 288-289.

Анализ морфологии и свойств поверхности стеклянных матриц с нанопокрытиями методами СЗМ

А.С. Кочеткова[1], Н.Ю. Ефимов[1], Е.А. Соснов[1], А.А. Малков[1], А.А. Малыгин[1], В.В. Антипов[1], А.Н. Гукова[2], Г.Л. Брусиловский[1,2]

[1] Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), 190013, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 26, Россия
[2] АО «Светлана – Рентген», 198099, г. Санкт-Петербург, ул. Промышленная, д. 5, Россия

Одним из способов повышения электрической прочности высоковольтных рентгеновских приборов, используемым в настоящее время, является нанесение диэлектрических покрытий оксидов на внутренней поверхности стеклянных оболочек [1]. В то же время, современные требования к рентгеновским трубкам уже не могут быть удовлетворены теми подходами, которые используются в традиционной технологии и вынуждают искать более эффективные методы получения оксидных покрытий оптимальной толщины и равномерно покрывающих изделия любой геометрической формы. При этом важным является определение характера изменений структуры и свойств таких покрытий в процессе эксплуатации рентгеновской трубки, что предполагает проведение контроля изменения морфологии и качества получаемых функциональных нанопокрытий актуальной задачей.

В работе рассмотрены возможности атомно-силовой микроскопии (АСМ) по контролю изменения морфологии сверхтонких проводящих титаноксидных покрытий, сформированных на поверхности боросиликатных стекол по технологии молекулярного наслаивания (МН) [2] на различных стадиях изготовления рентгеновской трубки.

Синтез покрытий осуществляли при 220ºС в проточно-вакуумной установке МН путем многократной от 5 до 300 циклов попеременной обработки стеклянной матрицы парами $TiCl_4$ и H_2O. Морфологию поверхности полученных образцов изучали с использованием СЗМ Solver P47 Pro (NT-MDT, Россия) в конструктиве АСМ в полуконтактном режиме с использованием кремниевых кантилеверов марки HA_NC.

Из анализа АСМ-изображений поверхности образцов, полученных после 5 циклов МН, можно заключить, что на начальной стадии синтеза формируются изолированные оксидные наноструктуры с латеральными ~ 70 нм и выступающими над поверхностью на 1,5 - 2 нм размерами на локальных центрах поверхности боросиликатного стекла. Отсутствие сплошного покрытия подтверждается также исследованием в режиме фазового контраста (ФК), свидетельствующем о существовании на поверхности участков с различающимися адгезионными характеристиками. Увеличение количества

проводимых циклов МН до 25 позволяет сформировать титаноксидный слой с частично нарушенной сплошностью, состоящий из частиц округлой формы диаметром ~ 25 нм. Толщина формируемого покрытия составляет ~ 5 нм, что коррелирует с расчетными данными толщины отдельного монослоя титаноксидных наноструктур [3]. Дальнейшее увеличение количества циклов обработки вплоть до 300 приводит к образованию плотного титаноксидного покрытия, состоящего из округлых частиц диаметром до ~50 нм, которое значительно снижает дефектность поверхности стекла и приводит как к выравниванию адгезионных свойств, так и к значительному снижению электросопротивления поверхности.

АСМ-исследование поверхности модифицированных стекол после отжига при 480ºС в условиях высокого вакуума, а также воздействия рентгеновского излучения, показало, что покрытия, толщиной до 200 циклов МН стабильны и их структура остается неизменной, тогда как на поверхности образцов с большим количеством циклов МН, происходит рекристаллизация титаноксидной пленки с формированием отдельных кристаллитов с латеральными размерами 100 – 150 нм, образующих агломераты размером до нескольких микрометров. При этом АСМ-изображения в режиме ФК свидетельствуют о том, что титаноксидное покрытие на поверхности таких стекол остается, тем не менее, сплошным.

При электрическом пробое рентгеновской трубки на поверхности баллона появляются участки, изменившие цвет. С помощью атомно-силовой микроскопии было обнаружено, что на таких измененных участках происходит деструкция синтезированного титаноксидного слоя до поверхности стекла. Этот факт подтверждается результатами сканирования поверхности в режиме фазового контраста, где отчетливо видны структуры, отличные по химической природе от материала подложки. АСМ-изображения топографии поверхности разрушенной титаноксидной пленки показывают, что частицы собираются вдоль силовых линий.

Исследование проводили при поддержке РНФ (проект № 14-13-00597) и РФФИ (грант № 16-03-00214).

1. *Г.Л. Брусиловский, Н.А. Куликов, А.А. Малков и др.* Рентгеновские трубки: устройство, применение, проблемы электрической прочности и нанотехнологические подходы ее повышения, СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2012, 184 с.

2. *А.А. Малыгин*. Российские нанотехнологии, 2007, 2, № 3-4, 87-100.

3. *Е.А. Соснов, Т.С. Трубина, А.А. Малыгин*. Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), 2015, № 30 (56), 20-23.

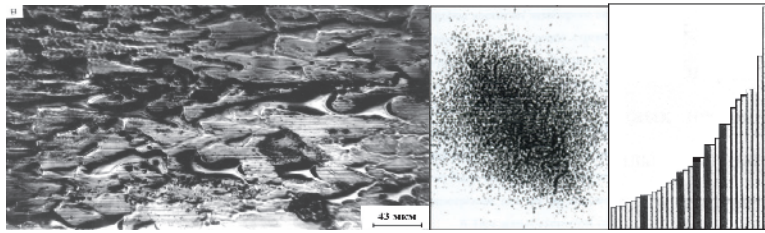
Анизотропия структурных неоднородностей быстрозакаленных сплавов

Г.С. Крайнова[1], А.М. Фролов[1], С.В. Должиков[1]

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

Структура и морфология сплавов полученных методами быстрой закалки сложна и неоднозначна для интерпретации. Микроскопические изображения морфологических неоднородностей поверхностей быстрозакаленных сплавов обладают крайней сложностью и разнообразием. Но именно в микрорельефе этих сплавов отражаются параметры различных режимов и технологий получения. Существуют корреляции микрорельефа поверхности этих сплавов с их структурой и даже физическими свойствами.

В данной работе для расчета интегральной функции меры Лебега (ИФМЛ) для обоих типов поверхностей спиннингованных лент [1] использовались амплитуды спектральных мод. Для обеих поверхностей раздела спиннингованных лент $Fe_{70}Cr_{15}B_{15}$, при пяти значениях скоростей вращения барабана v =5, 10, 20, 30, 45 м/с, используя методику [2], получены спектральные оценки пространственных неоднородностей в диапазоне от 140 до 2 мкм. Профиль представлен на рис.1, содержат, как правило, небольшое число мод и по своему типу относятся к аддитивному классу микропрофилей.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Изображение поверхности ленты $Fe_{70}Cr_{15}B_{15}$ а) для v-30 м/с, б) ее ДКФ, в) интегральная частотная характеристика.

Интегральная функция меры Лебега для спиннингованной ленты $Fe_{70}Cr_{15}B_{15}$, для каждого режима и двух поверхностей является неотрицательной, неубывающей (удовлетворяет требованиям интегральной функции меры) и содержит информацию по амплитудной структуре спектров пространственных неоднородностей исследуемых быстрозакаленных сплавов. ИФМЛ могут быть истолкованы как векторные объекты, на совокупном

множестве которых задается векторное пространство. В качестве метрики этого векторного пространства вводится линеаризованная дивергенция Кульбака (L-дивергенция).

Зависимости (L-дивергенции) указывают на поведение микрорельефа обоих поверхностей по отношению к режиму v= 5 м/с. Микрорельеф свободной поверхности имеет общую тенденцию приближения к естественному микрорельефу. Нами была предложена методика метризации пространства ИФМЛ, которая позволила отразить взаимные свойства статистики микрорельефа контактной и свободной поверхностей спиннингованных лент.

Данная методика позволила предложить модель процесса спинингования в зависимости от скорости вращения охлаждающего барабана. L-дивергенцию можно рассматривать как фазовую функцию, где параметром деструкции является скорость вращения барабана при всех остальных фиксированных условиях спиннингования. Результатом такого подхода является рис.2, из которого видно, что у фаз I и II существует ненулевая область пересечения в окрестности v= 20 м/с. Это означает, что при этом термогидродинамическом режиме существует область взаимного сосуществования фаз I и II.

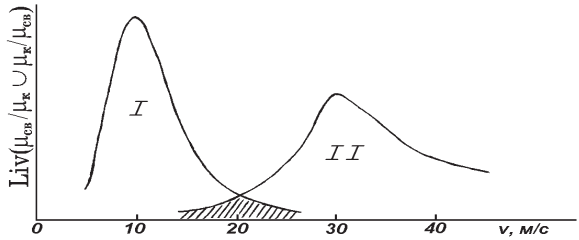


Рис. 2. Разложение на фазовые составляющие L-дивергенции поверхностей раздела спиннингованных лент.

В заключении необходимо подчеркнуть, что трактовка фаз I и II построена не на атомарных, кластерных представлениях, а относится к пространственным неоднородностям микрорельефа спиннингованных лент в диапазоне (2-140) мкм.

1. *Л.А. Юдина, А.М. Фролов, Н.И. Чухрий, В.В. Юдин Системная методика обработки сложных РЭМ-изображений. – Изв. РАН, Сер. Физ., 1998, т.62, №3, с.455-460.*

2. *Н.И. Чухрий, Л.А. Юдина, А.М. Фролов, В.В. Юдин Корреляция морфологии поверхностей быстрозакаленных лент и атомного разупорядочения в процессах спинингования. – Поверхность. 1999, №4, с.55-65.*

Исследование микроканальных структур для бетавольтаического применения

А.А. Краснов[1], С.А. Леготин[1], В.В. Чеверикин[1], С.И. Диденко[1], М.В. Синева[1], Ю.К. Омельченко[1], К.А. Кузьмина[1], Е.Б. Якимов[1,2], В.В. Старков[2]

1 Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский пр-т, 4, г. Москва, Россия
2 Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Задачи эффективного преобразования энергии β-излучения в электрическую энергию и создание источников тока с длительным сроком службы могут быть решены на основе структур с p-n переходом. С точки зрения выбора материала преобразователя, кремний является привлекательным материалом из-за его технологической развитости, широкой доступности и относительно низкой стоимости. Эффективность таких преобразователей значительно повышается при переходе от планарных p-n переходов, к структурам сформированных на развитой поверхности кремния, имеющей большое отношение поверхности перехода к площади структуры.

Для анализа образцов использовалась сканирующая электронная микроскопия. Полученные микроканальные структуры изучали на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMH с катодом LaB_6 и системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy. В качестве примера представлены результаты микроструктурного анализа поверхности и сколов образцов микроканального кремния, металлизированного никелем.

Объектами исследования были шлифы и сколы микроканальных структур с металлизированной поверхностью, для анализа использовались режимы отраженных и вторичных электронов. Траектория отраженных электронов носит прямолинейный характер. Число отраженных электронов зависит от атомного номера элементов вещества объекта, чем больше атомный номер зондируемого вещества, тем больше электронов содержат атомы, тем интенсивнее обратное рассеяние быстрых электронов и тем светлее будут выглядеть эти участки. Таким образом, при этом режиме работы микроскопа достигается максимальный фазовый контраст.

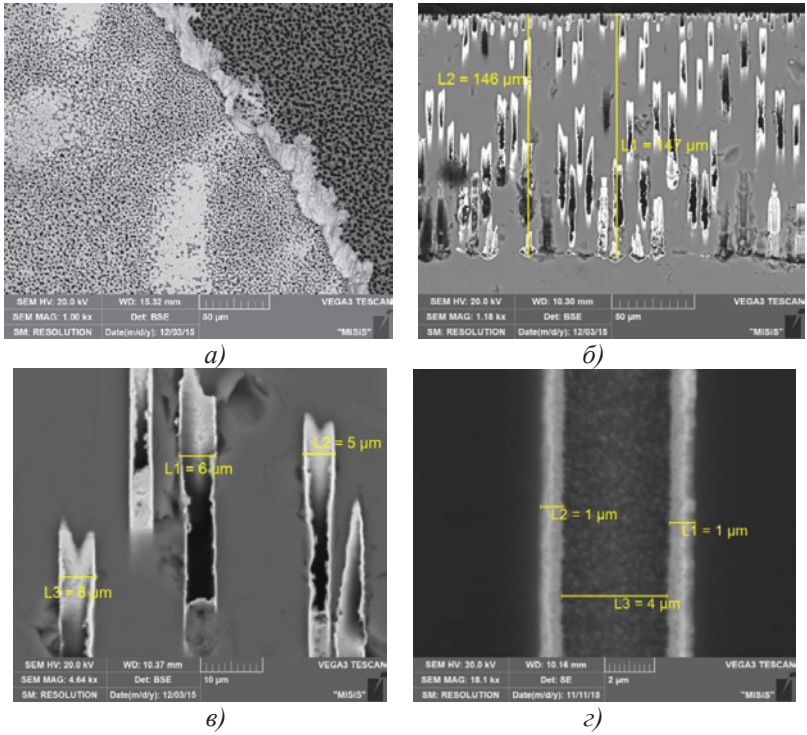


Рис. 1. Изображения СЭМ а) вид сверху; б) 15° шлиф в) увеличенное изображение микроканалов г) увеличенное изображение стенок микроканалов

Как видно из представленных фотографий удалось сформировать стенки микроканалов с равномерным покрытием слоя никеля. Осаждение никеля проходило практически по всей поверхности пористого слоя на глубину до 150 мкм, в результате получились никелевые микро трубки, диаметр которых составил 6 мкм, а толщина стенок около 1 мкм. Исследования показали, что никелевые трубки имеют зернистую структуру, вначале идёт формирование зерен никеля размерами до 100 нм, затем они срастаются и формируют металлические трубки

Работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы, соглашение № 14.575.21.0051. (Уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) RFMEFI57514X0051).

Влияние концентрации наночастиц и толщины пленки на морфологию и электрофизические свойства ППК+CdS

Е.П. Криничная[1], О.П. Иванова[1], С.А. Завьялов[2], Т.С. Журавлева[1]

[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, г. Москва, пл. Академика Курчатова, 1, Россия

Были проведены исследования морфологических особенностей и структуры поверхности тонких композитных пленок на основе полипараксилилена (ППК) и CdS методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в зависимости от толщины пленки (d ~ 0.02, 0.5 и 1.0 мкм) и концентрации наночастиц (С~ 2 -100 об. %) и изучены их оптические спектры поглощения, темновая проводимость (σ_d), фотопроводимость (σ_{ph}). ППК-CdS пленки были получены методом твердофазного криохимического синтеза [1,2] на подложках из оптического кварца (**Рис.1**, *1 и 3 ряды*) и кремния (**Рис.1**, *2 ряд*).

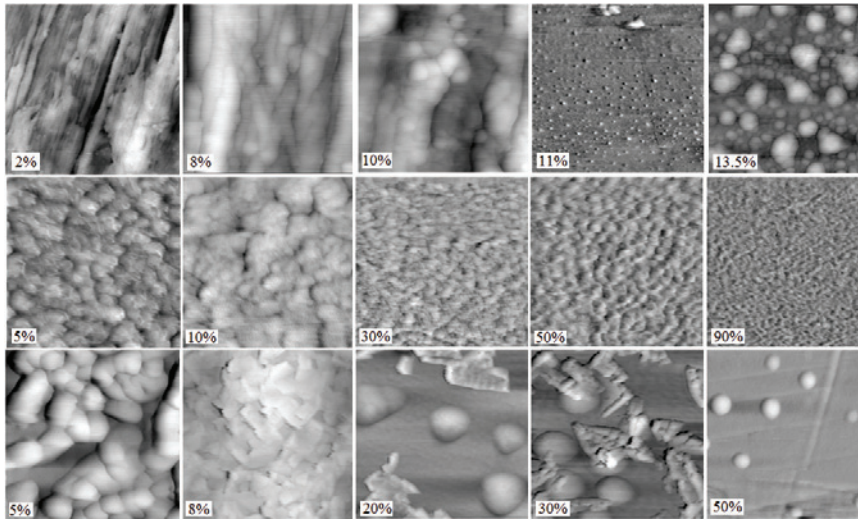


Рис. 1. АСМ изображения (СММ-2000) пленок ППК+CdS для толщин d: ~ 0.02 (*1-ый ряд*), 0.5 (*2-ой ряд*) и 1 мкм (*3-ий ряд*). Размеры кадров: 2.5х2.5 мкм.

Выявлены особенности морфологических и структурных изменений поверхности от концентрации наночастиц CdS и толщины пленок (**Рис. 1.**), которые свидетельствуют о перестройке полимерной матрицы нанокомпозитов ППК+CdS. В пленках разной толщины (d~ 0.02, 0.5 и 1.0 мкм) обнаружены немонотонные зависимости σ_d и σ_{ph} от концентрации (C) наночастиц CdS с максимумом для концентрации C_0. Величина C_0 увеличивается с ростом толщины пленки и составляет ~ 11, 30 и 50 об. % для толщин d~ 0.02, 0.5 и 1.0 мкм, соответственно (**Рис. 2.**).

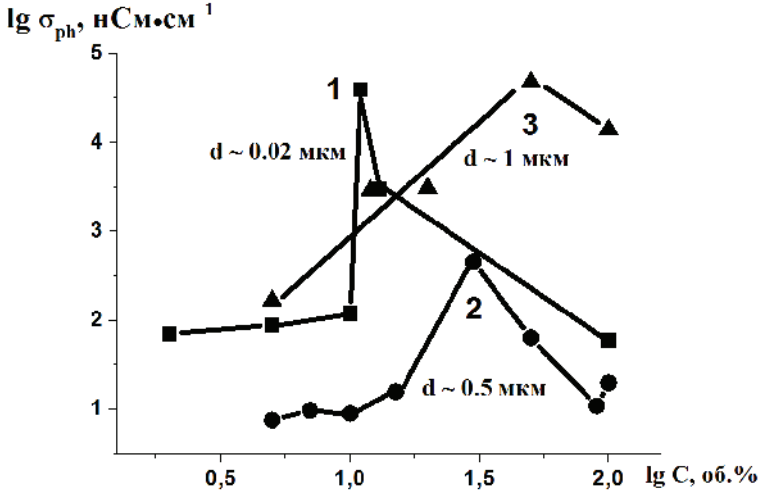


Рис. 2. Зависимость фотопроводимости σ_{ph} от концентрации наночастиц для пленок ППК+CdS разной толщины при T=300 K, $\lambda_{обл}$ ~ 500 нм.

Максимальные значения σ_d и σ_{ph} при C_0 отличаются на порядок и более по сравнению с теми же значениями для пленок чистого CdS (d ~ 0.02 и 0.5 мкм), а для пленок (d ~1.0 мкм) эти различия меньше порядка.

1. *Т.С. Журавлева, О.П. Иванова, Е.П. Криничная, И.А. Мисуркин, С.В. Титов, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев.* Химическая Физика, 2011, 30 (8), с.75-82.
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.

Структура и оптические спектры поглощения полимерных пленок ППК+S

Е.П. Криничная[1], О.П. Иванова[1], С.А. Озерин[2], С.А. Завьялов[3], Ю.И. Кирюхин[3], Т.С. Журавлева[1]

[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, г. Москва, ул. Профсоюзная, 70, Россия
[3]ФГБУН Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, пл. Академика Курчатова, 1, Россия

Для пленок полимерных нанокомпозитов (ППК+S) на основе поли-*n*-ксилилена и серы, полученных методом твердофазного криохимического синтеза [1] на подложках из кремния и оптического кварца, проведены исследования морфологии поверхности и структуры методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) и рентгеновской дифракции в больших углах, и спектров поглощения (оптические и ИК) в зависимости от содержания серы (образцы *1*, *2*, *3*, *4*, *5*, *6*; содержание серы уменьшалось с увеличением порядкового номера). На АСМ изображении поверхности ППК+S пленок видны структурные элементы в виде вытянутых сферолитов (**Рис. 1.**), состоящих из более мелких частиц - наноглобул.

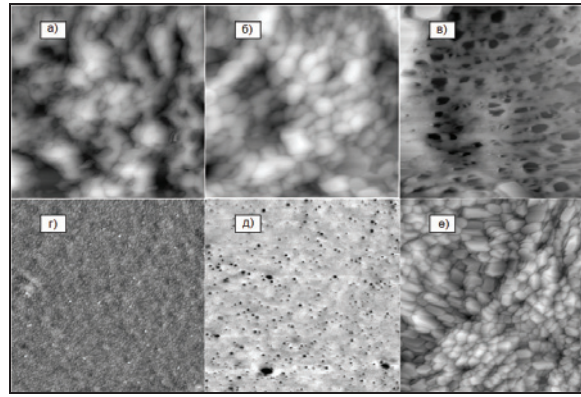


Рис. 1. АСМ изображения (СММ-2000) поверхности пленок образцов: *а*) - *1*; *б*) – *2*; *в*) – *3*; г) – *4*; *д*) – *5*; *е*) – *6*. Размеры кадров: 14х14 мкм.

Методом рентгеновской дифракции на всех кривых рассеяния обнаружили пики (**Рис. 2.**), 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.

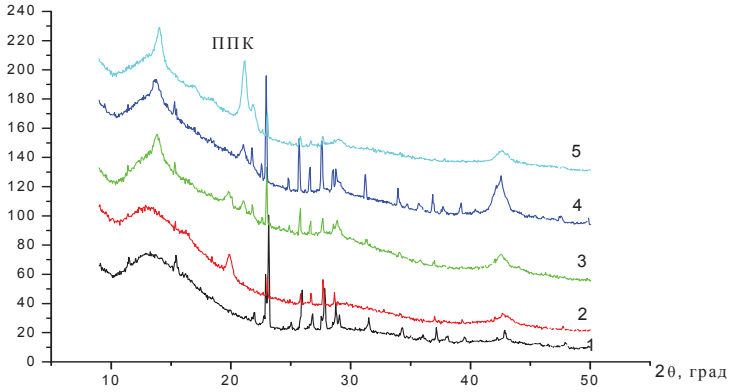


Рис. 2. Диффрактограммы ППК + S.

Наблюдаемые изменения в морфологии и структуре нанокомпозитов также проявились в оптических спектрах поглощения. 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. 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*. Присутствие наночастиц серы в композитах ППК + S влияет на валентные колебания С-Н связи в метильных и метиленовых группах полимера.

1. *S. Zavyalov, A.Pivkina, J.Schoonmam.* Solid State Ionics, 2002, v. 147, p. 415.

Анализ распределения химических элементов в приповерхностном слое образцов никелида титана при плазменно-иммерсионной ионной модификации кремнием

К.В. Круковский[1], О.А. Кашин[1], А.И. Лотков[1, 2]

1 Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634021, г. Томск, пр. Академический, 2/4, Россия
2 Национальный исследовательский Томский государственный университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, Россия

В последние годы много внимания уделяется разработке ионно-плазменных методов модификации поверхности медицинских имплантатов с целью повышения их биосовместимости с живым организмом. В результате модификации на поверхности имплантата либо формируется покрытие заданного состава, либо происходит легирование поверхностного слоя выбранным элементом. Поэтому при разработке технологии модификации возникает необходимость экспресс-анализа распределения элементов с целью быстрой корректировки технологических режимов. Одним из возможных методов для такого экспресс-анализа является метод рентгеноспектрального микроанализа (РСМА).

Для проведения такого экспресс-анализа используют определение концентрации модифицирующего элемента в какой-либо точке поверхности изделия в зависимости от ускоряющего напряжения $U_{уск}$ электронного пучка.

В настоящей работе исследовано распределение химических элементов в поверхностном слое образцов из сплава на основе никелида титана, используемого для изготовления сердечно-сосудистых имплантатов, после плазменно-иммерсионной модификации ионами кремния. Исследования проводили на растровом электронном микроскопе EVO 50 фирмы Карл Цейс (Германия) с приставкой для энергодисперсионного анализа INCA Oxford Instruments. Для контроля проводили исследования методом послойной электронной оже-спектроскопии (ЭОС) на установке «Шхуна-2». Модификацию проводили на вакуумно-плазменном технологическом комплексе «СПРУТ». Образцы были обработаны по трём различным режимам, которые обозначены как режим I, II и III.

Исследования, выполненные методом ЭОС, показали, что на поверхности образцов, обработанных по режиму I, образовался сплошной слой из кремния толщиной около 500 нм, затем следует переходный слой толщиной около 150 нм со сложным распределением по глубине кремния, никеля и титана. По данным РСМА для этого же режима, при стандартной съёмке (Uуск = 20 кВ) концентрация кремния составляет около 18 ат.%. По мере

уменьшения $U_{уск}$, концентрация кремния растёт относительно никеля и титана.

Для образцов, обработанных по режиму II, по данным ЭОС, также как и в случае режима I происходит образования слоя кремния, однако меньшей толщины (100 нм). По данным РСМА, расхождение концентрации кремния с концентрациями никеля и титана при стандартном $U_{уск}$ значительно большее. Это связано с тем, что толщина слоя кремния значительно меньше, чем толщина слоя в случае режима I.

Для режима III характерным является отсутствие сплошного слоя кремния, что на данных РСМА отображается отсутствием пересечения кривых на графиках зависимостей концентраций элементов от ускоряющего напряжения ($U_{уск}$), то есть слой на образцах, обработанных по режиму III, является диффузионным и не имеет резкой границы с основным материалом.

Таким образом, чем меньше разница концентраций модифицирующего элемента и элементов основного материала при стандартном $U_{уск}$=20 кВ, тем толще образовавшийся сплошной слой модифицирующего элемента. Чем меньше толщина сплошного слоя модифицирующего элемента, тем ближе пересечение кривых на графиках зависимостей концентраций элементов от ускоряющего напряжения ($U_{уск}$) к его минимальным значениям. В случае тонкого диффузионного слоя концентрация модифицирующего элемента мала и практически одинакова во всём диапазоне ускоряющих напряжений, нет пересечения кривых.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП (Соглашение № 14.578.21.0118 от 27.10.2015 г., уникальный идентификатор проекта RFMEFI57815X0118).

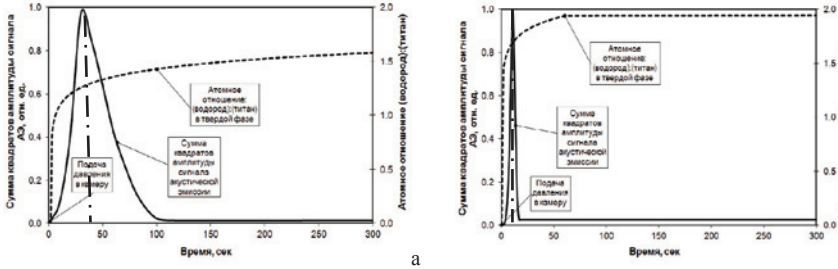
Кинетические особенности полиморфных превращений и разрушения частиц губчатого и порошкового титана при гидрировании

А.А. Кузнецов, С.М. Кунавин, П.Г. Бережко, Е.В. Жилкин, М.В. Царев, В.В. Мокрушин, О.Ю. Юнчина

Российский федеральный ядерный центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, 607190, г. Саров, Нижегородская обл., Россия, mcr@dep19.vniief.ru

Явление акустической эмиссии (АЭ) обусловлено кратковременным распространением упругих волн, которые генерируются вследствие быстрого высвобождения энергии из локализованных источников внутри какого-либо материала [1]. АЭ наблюдается при различных физических и физико-химических превращениях [2,3], что позволяет изучать эти процессы путем регистрации и обработки акустических сигналов. Известно [4], что взаимодействие металлов с водородом сопровождается изменением кристаллической структуры материала при образовании твердых растворов и различных гидридных фаз. При достижении некоторой степени насыщения, сопровождающейся увеличением объема твердой фазы, наблюдается генерация акустических сигналов с явно выраженным максимумом амплитуды, которые были зарегистрированы при изучении кинетики гидрирования металлического титана в виде губки и изготовленного из нее порошка.

Для объяснения происхождения и времени появления амплитудных пиков проведено электронно-микроскопическое (ЭМ) исследование образцов титана до и после гидрирования, а также анализ кинетических кривых и фазовой диаграммы системы Ti-H [5]. На рис. 1а и 1б представлены зависимости атомного отношения [H]/[Ti] и квадрата относительной амплитуды сигнала АЭ от времени гидрирования губки и порошка соответственно.

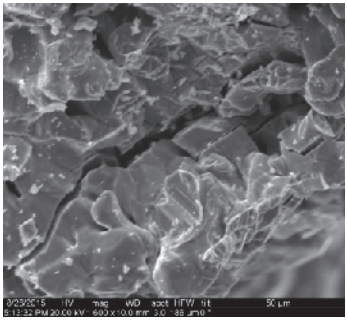


а б

Рис 1. Зависимость [H]/[Ti] и квадрата относительной амплитуды сигнала АЭ от времени при гидрировании титановой губки (а) и порошка на ее основе (б)

Видно, что реакция интенсивно протекает сразу после подачи водорода

в реакционную камеру. Для порошкового состояния металла существенно выше скорость его взаимодействия с водородом, что объясняется гораздо большей удельной поверхностью порошка по сравнению с губкой. В то же время амплитуда сигнала нарастает в течение некоторого времени, и ее максимум соответствует образованию гидридов титана с атомным отношением [H]/[Ti]=1,3 и 1,7 для губки и порошка соответственно. При этих значениях уже образована δ фаза гидрида [5], однако интенсивность акустического сигнала, сопровождающего увеличение периода решетки α-фазы и фазовый переход α+δ→δ (при достижении [H]/[Ti]~0,8-1,2 [5]), очевидно мала по сравнению с максимумом амплитуды сигнала АЭ, связанного с растрескиванием частиц материалов (см.рис.2).


а

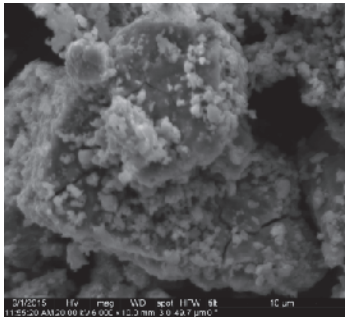

б

Рис. 2. ЭМ изображения фрагмента губчатого (а) и порошкового (б) титана после гидрирования

Проведенное исследование позволило установить, что наиболее интенсивная структурная и фазовая перестройка образца, приводящие к растрескиванию металла с появлением максимума амплитуды сигнала АЭ, происходит при достижении [H]/[Ti]=1,3 и 1,7, приблизительно на 35 и 10 секунде от начала гидрирования губки и порошка титана соответственно.

1. International Standard ISO 12716: 2001E. Non-destructive testing – acoustic emission inspection – Vocabulary, 2001.
2. *J.W.R.Boyd, J.Varley*. Chemical Engineering Science, 56, (2001) 1749-1767.
3. *A.I.Kirdyashkin, R.M.Gabbassov, Yu.M.Maksimov, V.G.Salamatov*. Combust, Explos. Shock Waves, 49 (2013) 676-681.
4. Гидриды металлов. Под. ред. *В.Мюллера, Д.Блэкледжа и Дж.Либовица*. Пер. с англ. М.: Атомиздат, 1973.
5. *А.М.Якимова*. Взаимодействие титана с водородом. // Труды комиссии по аналитической химии. Анализ газов в металлах. Академия наук СССР. Институт геохимии и аналитической химии им. В.И.Вернадского. Изд-во АН СССР. Москва. Том 10. 1960, с.142-149

АСМ-исследования поверхности износостойких покрытий Mo(C)N

Т.А. Кузнецова [1], Б.Т. Варшхолинский [2], Т.И. Зубарь [1], С.А. Чижик [1], А. Гилевич [2], О. Упицка [2], С.О. Абетковская [1], В.А. Лапицкая [1]

1 Институт тепло-и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, 220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь
2 Кошалинский университет технологий, Факультет технологий и образования, 75453, г. Кошалин, ул. Снядецких, Польша

Одним из способов улучшить механические и трибологические свойства инструментов и деталей машин является поверхностная модификация нанесением тонкого твердого покрытия. Свойства двухкомпонентных покрытий часто не в состоянии отвечать всем требованиям пользователей. Они могут быть улучшены за счет добавления третьего элемента или изменением структуры покрытия при выборе параметров процесса, что может пртвести, например, к измельчению зерна [1] или формированию наноструктурированных сложных покрытий [2]. Такие покрытия могут характеризоваться низким коэффициентом трения, высокой износостойкостью и высокой твердостью.

Молибденовые карбонитридные покрытия были сформированы добавлением ацетилена (C_2H_2) в вакуумную камеру установки катодного дугового испарения TINA 900M. Все технологические детали и результаты химических исследований покрытий описаны в работе [5]. Толщина покрытий Mo(C)N, осажденных на подложки из нержавеющей стали, составляет приблизительно 3 мкм. Метод атомно- силовой микроскопии (АСМ) хорошо подходит для исследования морфологии поверхности тонких вакуумных покрытий, осажденных на полированные подложки [3, 4]. Он позволяет не только исследовать топографию поверхности покрытия с разрешением в одну десятую нанометра, но обнаруживать разнородность в трибологических свойствах поверхности, которая обусловлена существованием различных фаз в покрытии.

Исследование топографии поверхности Mo(C)N выполняли на АСМ НТ-206 (Беларусь) в статическом режиме. Использовали изображения топографии и контраст латеральных сил [6]. Нормальное отклонение кантилевера формирует изображение топографии. Боковое скручивание консоли формирует изображение латеральных сил. Главная составляющая латеральных - силы трения. Силы трения - совместный эффект действия адгезии, вязкости, капиллярных сил, электростатического взаимодействия и т.д. В зависимости от условий и материала доминирует то или другое явление. Таким образом, торсионное кручение вызвано поверхностными свой-

ствами. Этот режим может использоваться для различия фаз на поверхности покрытия Mo(C)N, поскольку фаза - область пространства, в котором все физические свойства материала однородны. Согласно АСМ фаза - область поверхности с границей, которая имеет один цвет. Один цвет означает одинаковый угол торсионного кручения зонда. Величина угла торсионного кручения зонда зависит от жесткости консоли зонда. В этой работе использовались кремниевые консоли типа CSC 38 (Micromasch, Эстония) с коэффициентом жесткости k = 0.08 Н/м. Предполагаемые согласно результатам АСМ фазы сравнивали с фазами, определенными рентгенофазовым анализом. АСМ позволяла получить карту поверхности с частицами и областями различных цветов (белый, серый, темный). Рентгенограммы помогали выбрать возможную химическую формулу фазы. Поскольку кремниевая консоль очень чувствительна, она позволяла различить на поверхности тонкого покрытия больше фаз, чем рентгенофазовый анализ. Установлено влияние количества углерода на процесс образования фаз MoN и MoC в покрытии Mo(C)N. Методом АСМ определены коэффициенты трения на поверхности покрытий Mo(C)N. С использованием алмазного зонда на стальной консоли определили удельный объемный износ тонких покрытий.

1. *S. Hogmark, S. Jacobson, M. Larsson*, Design and evaluation of tribological coatings, Wear 246 (2000) 20-3.

2. *J. Musil,* Hard and superhard nanocomposite coating, Surf. Coat. Technol. 125 (2000) 322-330.

3. *H.-J. Butt, B. Cappella, M. Kappl,* Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications, Surf. Sci. Reports 59 (2005) 1–152.

4. *Andreyev M., Anishchik V., Markova L., Kuznetsova T.* Ion-beam coatings based on Ni and Cr with ultradispersed diamonds – Structure and properties , Vacuum 78 (2005) 451-454.

5. *A. Gilewicz, R. Jedrzejewski, A.E. Kochmanska, B. Warcholinski* Structure of MoCN films deposited by cathodic arc evaporation, Thin Solid Films 577 (2015) 94 – 96.

6. *B. Bhushan* Micro/Nanotribology and materials characterization studies using scanning probe microscopy /Nanotribology and nanomechanics, ed B. Bhushan , 2005, 1148 p.

Структура и магнитные характеристики нитевидных нанопорошков сплавов FeCo, FeNi, FeCr

В.И. Кулинич[1], Е.И. Бубликов[2], В.В Коломиец[1], Е.С. Лялько[1], И.А. Чертова[1]

[1]*Южнороссийский государственный политехнический университет (НПИ) им. Платова М.И. г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия*
[2]*Донской государственный технический университет г. Ростов-на-Дону, Россия*

Широкое применение наноразмерных магнитных порошков (НМП) в качестве ферромагнитной составляющей композиционных материалов различного назначения: магнитных жидкостей, катализаторов, в качестве медиаторов при транспортировке лекарственных средств и т.д. приводит к необходимости изучения физических свойств различными методами электронной микроскопии. Эффективное получение анизотропных частиц металлов и сплавов нанометрового размера возможно в многокомпонентной электрохимической системе при наличии поверхностно-активных веществ (ПАВ) [1]. В данной работе исследовались нитевидные порошки двойных сплавов металлов группы железа с поперечными размерами 10-100 нм и длиной 0.1-500 мкм. Фазовый состав, дисперсность и форма частиц определяется параметрами электрокристаллизации: концентрацией солей выделяемых металлов и ПАВ, величины плотности тока, длительностью и формой его импульсов.

Рентгеновский, фазовый и дисперсный анализ, проведенный на рентгеновском, порошковом дифрактометре ARL X[1]TREA, РЭМ FEI Quantax 200 и ПЭМ Tecnai G2 Spirit (FEI) показывает, что соотношения компонентов в сплавах и концентрации солей в электролитах практически совпадает. Эта корреляция позволяет сделать вывод о том, что электрокристаллизация НМП происходит на предельных токах и не зависит от стандартных потенциалов каждого металла. При этом тип и параметры решетки определяются составом и концентрацией бинарных сплавов.

Для твердых растворов Fe-Co в области концентраций кобальта 20-70 % вес. образуется объемно-центрированная кубическая фаза, значение периода решетки которой уменьшается с возрастанием содержания кобальта.

В порошках сплавов железо-никель объемно-центрированная кубическая фаза в основном имеет место при концентрации никеля до 35 % вес., а далее превалирует гранецентрированная кубическая решетка, характерная для чистого никеля.

При температурах, не превышающих температуру фазового перехода для хрома (39^0C), нитевидные частицы порошка железо-хром характеризуются кубической объемно-центрированной элементарной ячейкой, и обна-

руживается слабая зависимость параметров решетки от диаметра поперечного сечения нити.

В отмеченных границах существования фаз твердых растворов магнитное состояние по данным просвечивающей микроскопии определяется квазимонодоменной структурой по длине частиц НМП.[2]. Значения магнитных параметров каждого сплава регулируются изменением концентраций металлов в процессе электрокристаллизации. При этом коэрцитивная сила, как структурно зависимая величина, может, как увеличиваться, так и уменьшаться по сравнению с её значением в порошках $\alpha - Fe$.

Выбор порошков сплавов в качестве магнитотвердого материала необходимо проводить с учетом их дисперсного состава и степени совершенства структуры их частиц.

Уменьшение коэрцитивной силы для частиц диаметром менее 10 нм обусловлено суперпарамагнитным эффектом. В более крупных частицах возможно возникновение полидоменной магнитной структуры и процессы перемагничивания определяются смещением доменных стенок, происходящие в магнитных полях с низкой напряженностью. Однородность порошка по размерам отдельных кристаллов зависит от выбора условий электролиза, которые обеспечивают более высокое значение максимума дифференциальной кривой счетного распределения.

1. *Бондаренко А.В., Бубликов Е.И., и др.* Электрокристаллизация порошков металлов. - Ростов н/Д: ДГТУ, 2013.-121 с.

2. В.И. Кулинич, Е.И. Бубликов, В.В. Коломиец. Формирование однодоменной структуры при получении нанопорошков железа //XXV Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ-2014): сборник тезисов, г. Черноголовка, 2-7 июня 2014 г.-Т.1, С.72-73

Три типа деформационных дефектов в карбиде бора

Б.А.Кульницкий, М.Р.Анненков, И.А.Пережогин

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Троицк, Москва, 142190, Центральная 7а

Карбид бора обладает чрезвычайно широким комплексом интересных химических, физических и механических свойств, в связи с чем необходимо знать его прочностные свойства при ударных и статических нагрузках. В настоящей работе методами ПЭМ исследован карбид бора, деформированный двумя способами: в планетарной мельнице и в камере высокого давления, состоящей из алмазных наковален. Полученные образцы исследовали методами ПЭМ на приборе JEM-2010, оборудованном EDS и EELS приставками.

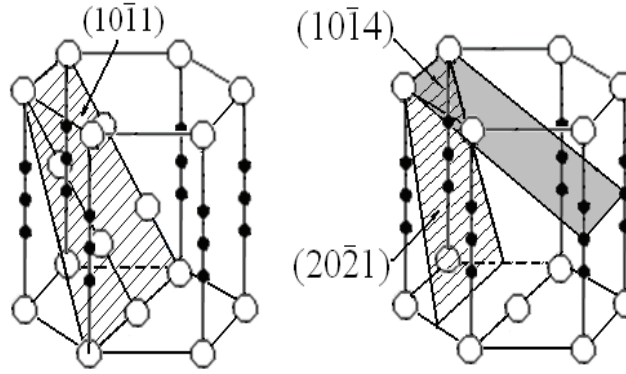


Рис.1. Кристаллическая решетка карбида бора в гексагональных координатах. Черные точки – атомы углерода; кружками обозначены икосаэдры, состоящие из 12 атомов.

Как известно, кристаллическая решетка карбида бора может быть представлена в гексагональных координатах с параметрами: a=0.56 нм, c = 1.207 нм. ЭМ исследования показали, что образцы после обработки содержали трещины. Обработка карбида бора выявила двойники по плоскости {10-11}. Также обнаружены слегка искаженные параллельные линии в карбиде бора. Линии лежат в плоскости $\{20\text{-}21\}_h$. Их появление связано с искажением цепочек атомов углерода в структуре материала. Карбид бора отличается тем, что он наряду с атомами бора и углерода содержит еще и икосаэдры, состоящие из 12 атомов бора. При этом атомы углерода обра-

зуют цепочки, состоящие из трех атомов. Деформация происходит в результате искривления икосаэдров и углеродных цепочек.

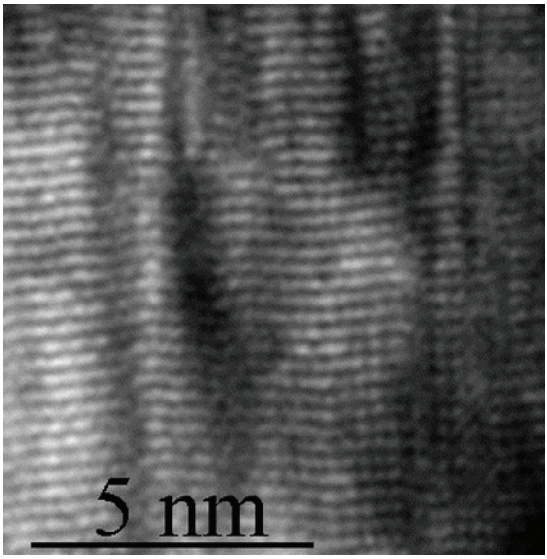


Рис.2. Дефекты в B_4C по плоскости $(1\text{-}104)_h$. Больше всего они похожи на дефекты упаковки, но отличаются от традиционных тем, что сильно искривлены.

Кроме двойников и трещин обнаружен третий тип дефектов (рис.2) по плоскости $\{10\text{-}14\}_h$. Отличие этих дефектов от предыдущих заключается в том, что следов деформации много на небольшом участке. Более всего такая структура похожа на дефекты упаковки. Разница в том, что они сильно искривлены. По-видимому, причиной таких искривлений является также деформация икосаэдров. Плоскость $(10\text{-}14)_h$ проходит через средний атом цепочки из трех атомов.

Выводы:

Методами электронной микроскопии исследованы особенности структуры карбида бора, деформированного в шаровой мельнице и в алмазных наковальнях. Обнаружены три вида дефектов: трещины по плоскостям $\{20\text{-}21\}_h$, двойники по плоскостям $\{10\text{-}11\}_h$ и дефекты по плоскости $(10\text{-}14)_h$, представляющие собой искривленные дефекты упаковки.

Синтез и изучение свойств наноразмерных термитов с «core-shell» структурой частиц

И.О. Лейпунский[1], Н.Г. Берёзкина[1], А.Н. Жигач[1], Е.С. Афанасенкова[1], М.Л. Кусков[1], Б.В. Кудров[1], В.В. Артёмов[1,2], А.Ю. Долгобородов[3], В.Г. Кириленко[3], А.Н. Стрелецкий[3], Г.А. Воробъёва[3], О.И. Кудинова[3], А.А. Шевченко[4]

1 Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН, 119334, г. Москва, Россия
2 Институт кристаллографии им.А.В. Шубникова РАН, 119333, г. Москва, Россия
3.Институт химической физики им. Н.Н. Семёнова, 119991, г. Москва, Россия
4 Национальный исследовательский ядерный университет 115409, МИФИ», 115409,г. Москва, Россия

Целью настоящей работы являлось получение на поверхности наноразмерных частиц FeOx и Ni покрытия, содержащего алюминий, с целью определения влияния подобного покрытия на свойства и состав продуктов реакций в высокоэнергоемких нанокомпозитах FeOx +Al и Ni+Al. Покрытие предполагалось создать путем термического разложения паров триэтилалюминия (TEAl).

Нанопорошки оксида железа (средний диаметр частиц 46 нм), никеля (средний диаметр частиц 35 нм) и алюминия (средний диаметр частиц 54 и 122 нм) были получены методом Гена-Миллера.

Для обработки нанопорошков оксида железа и никеля парами TEAl, была собрана установка, позволяющая проводить предварительное обезгаживание порошков путем их прогрева до температуры 250-280 С , ввод TEAl в виде жидкости в установку и обработку нанопорошков парами TEAl при температуре 300-320 С в статических условиях. Обрабатываемые порошки до и после обработки изучались методами растровой электронной микроскопии, локального рентгеноспектрального элементного анализа и рентгенофазового анализа.

Установлено, что при обработке нанопрошков оксида железа и никеля парами TEAl на поверхности частиц образуются островковые пленки, содержащие алюминий. При обработке нанооксида железа, состоящего до обработки, главным образом, из магемита Fe2O3, происходит его восстановление до магнетита Fe3O4. При обработке TEAl нанопорошка никеля происходит образование до 10% вес. интерметаллида AlNi3.

На основе обработанных парами TEAl нанопорошков и нанопорошков в исходном состоянии методом ультразвукового смешения в гексане получены нанокомпозиты FeOx+Al и Ni+Al. Проведен термогравиметрический анализ полученных нанокомпозитов при температурах 50-700

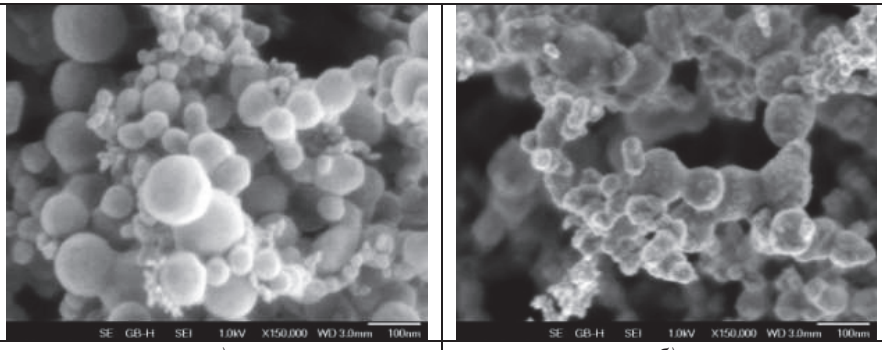
С в порошкообразном состоянии и в виде прессованных при давлении 7500 атм образцов.

Состав продуктов реакций, происходивших при прогреве до 700 С, определялся методом рентгенофазового анализа.

Обработка нанопорошков оксида железа и никеля парами TEAl увеличивает тепловыделение при прогреве до 700 С как для порошкообразных, так и для прессованных образцов, увеличивает долю прореагировавшего при нагреве металлического алюминия и изменяет состав продуктов.

Увеличение размера алюминиевых частиц в нанокомпозите Ni+Al увеличивает температуру начала реакции и увеличивает значение тепловыделения.

Установлено, что наличие оксида никеля в нанопорошке никеля в нанокомпозите Ni+Al ускоряет процессы энерговыделения.



а) *б)*

Рис.1 СЭМ-изображение наноразмерных частиц Ni до обработки (а) и после обработки (б) парами тетраэтилалюминия.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 14-03-0990 (а)

Исследование структуры новых суперпротоников $Cs_mH_n((HSO_4),(H_2PO_4))_{m+n}$

И.П. Макарова[1], А.Л. Васильев[1,2], Е.В. Селезнева[1], В.В. Гребенев[1], В.А. Коморников[1]

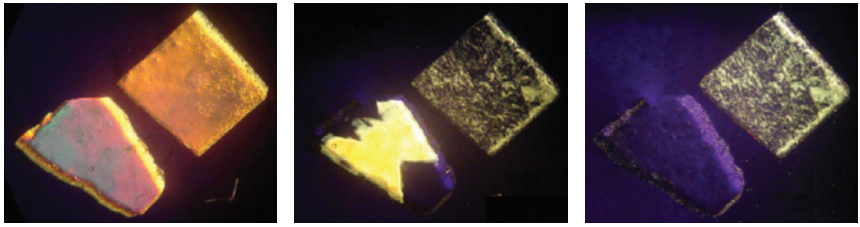
1 Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия
2 Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", г. Москва, Россия

Топливные элементы, основным компонентом которых является протонообменная мембрана, обеспечивают прямое преобразование химической энергии в электрическую. Многообещающее направление связано с созданием материалов для мембран, работающих при температурах 150-400°C, т.к. при этих температурах достигается наибольшая эффективность топливных элементов.

Из известных материалов таким требованиям удовлетворяют кристаллы $M_mH_n(XO_4)_{(m+n)/2}\cdot yH_2O$ (M = K, Rb, Cs, NH_4; X = S, Se, P, As). Именно у представителей этого семейства, кристаллов $CsHSO_4$ и $CsHSeO_4$, была впервые обнаружена высокая протонная проводимость при изучении в Институте кристаллографии процессов протонного транспорта. Неослабевающий интерес к семейству кристаллов-суперпротоников обусловлен возможностью изучения фундаментальной проблемы – влияния водородной подсистемы на физико-химические свойства материалов, а также возможностью создания новых материалов для различных электрохимических устройств.

Полученные данные о кристаллах-суперпротониках позволяют сделать вывод о различных структурных механизмах изменений их физических свойств: формирование динамически разупорядоченной системы водородных связей [1], образование многофазного состояния [2], формирование частично разупорядоченной системы водородных связей, формирование каналов для движения ионов M [3, 4].

Впервые проведены исследования системы CsH_2PO_4–$CsHSO_4$–H_2O, определены условия получения и выращены новые кристаллы $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$ [5], $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ [6] и $Cs_6H(HSO_4)_3(H_2PO_4)_4$ [7]. Установлено, что различие свойств $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$ и $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ (рис. 1), включая кинетику суперпротонных фазовых переходов, обусловлено статистическим замещением тетраэдров PO_4 / SO_4 и уменьшением числа водородных связей. Уникальные по структуре кристаллы $Cs_6H(HSO_4)_3(H_2PO_4)_4$ переходят в суперпротонную фазу при относительно невысокой температуре ~ 120°C, и суперпротонная фаза сохраняется при охлаждении достаточно долго без существенного снижения проводимости.



а б в

Рис. 1. Микрофотографии монокристаллов $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$ и $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ в поляризованном свете при температурах 329 K (а); 411 K (б); 424 K(в).

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИК РАН и при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ.

1. *И.П. Макарова* // Физика твердого тела. 2015, 57(3), 432-439.

2. *И.П. Макарова, Т.С. Черная, А.А. Филаретов, А.Л. Васильев, И.А. Верин, В.В. Гребенев, В.В. Долбинина.* // Кристаллография. 2010, 55(3), 429-439.

3. *I. Makarova, V. Grebenev, E. Dmitricheva, V. Dolbinina, D. Chernyshov.* // Acta Cryst. B. 2014, 70, 218-226.

4. *E.V. Dmitricheva, I.P. Makarova, V.V. Grebenev, V.V. Dolbinina and I. A. Verin* // Solid State Ionics. 2014, 268, 68-75.

5. *И.П. Макарова, В.В. Гребенев, И.И. Васильев, Е.В. Дмитричева, В.А. Коморников, В.В. Долбинина.* // Кристаллография. 2015, 60(4), 552-561.

6. *I. Makarova, V. Grebenev, E. Dmitricheva, I. Vasiliev, V. Komornikov, V. Dolbinina, A. Mikheykin.* // Acta Cryst. B. 2016, 72(1), 133-141.

7. *В.В. Гребенев, И.П. Макарова, Д.А. Ксенофонтов, В.А. Коморников, Е.В. Дмитричева* // Кристаллография. 2013, 58(6), 896-900.

Исследование процессов возбуждения катодолюминесценции на примере YAG:Tm

А.Ю. Местер[1], Е.Ю. Флегонтова[1], Л.А. Бакалейников[2], М.В. Заморянская[1]

1 ФТИ им. А.Ф. Иоффе 194021, г. Санкт-Петербург, Россия

Одним из важнейших вопросов в области катодолюминесцентных исследований является вопрос механизма возбуждения катодолюминесценции. Несмотря на то, что само явление катодолюминесценции (КЛ) известно довольно давно, данный вопрос остается практически не изученным. При этом скорость возбуждения энергетических состояний, наравне со временем релаксации, определяет интенсивность КЛ излучения. Время жизни возбужденного состояния определяет длительность затухания люминесценции. Скорость захвата возбуждения, в свою очередь, связана с разгоранием катодолюминесценции. Однако, в отличие от затухания, длительность данного процесса также зависит и тока и энергии электронного пучка. Таким образом, главной задачей данной работы было исследование зависимостей процесса разгорания катодолюминесценции от параметров возбуждения и исследуемого материала.

Данный вопрос решался двумя путями: первый – это экспериментальные исследования, второй –теоретические расчеты с использованием методов математического моделирования. Экспериментальные исследования проводились на иттрий-алюминиевом гранате, активированном тулием. Были получены спектры КЛ образца. Особенности динамики катодолюминесценции изучались для линии люминесценции тулия 354 нм. А именно, были получены кривые разгорания и затухания люминесценции при варьировании тока и энергии пучка, а также для различных значений концентрации активатора.

В основе теоретической модели лежала идея, что в процессы возбуждения катодолюминесценции основной вклад дают вторичные электроны. Это значит, что скорость возбуждения КЛ зависит от количества вторичных электронов в области взаимодействия электронного пучка с образцом. Количество вторичных электронов связано с током электронного пучка и с распределением вторичных электронов по глубине, что, в свою очередь, связано с первичной энергией зонда и характеристиками исследуемого материала. Таким образом выражается связь разгорания катодолюминесценции с параметрами возбуждения. На основании данного подхода и модели двух-уровневых систем были произведены теоретические расчеты, и выведено кинетическое уравнение интенсивности катодолюминесценции. Полученное выражение анализировалось при помощи методов матмоделирования. В результате, были получены расчетные зависимости раз-

горания КЛ от тока и энергии электронного пучка. Полученные данные были сравнены с результатами эксперимента.

В итоге, сравнение показало, что предложенная теоретическая модель с хорошей точностью соответствует полученным экспериментальным данным.

Определение значений массовых коэффициентов ослабления рентгеновских линий, расположенных вблизи краев поглощения, по результатам рентгеноспектрального анализа бинарных соединений, известного состава

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 являет собой типичный пример решения обратной задачи и при проведении расчёта матричной поправки на поглощение интенсивности рентгеновской линии характеристического спектра, анализируемого элемента, в образце необходима достоверная информация о коэффициентах ослабления рентгеновской флуоресценции (μ/ρ). Измеренные или рассчитанные значения этого параметра представлены, например, в [1-3]. Однако известно, что вблизи краёв поглощения с коротковолновой стороны от края поглощения зависимость μ/ρ от длины волны λ немонотонна (наблюдается так называемая «тонкая структура» поглощения). Поэтому в ряде случаев данные по μ/ρ неоднозначны: для Kα Al в Cu от μ/ρ = 5320 см^2/г в [1] до μ/ρ = 3500 см^2/г в [4], а общепринятые в научной литературе значения этого параметра не обеспечивают приемлемую точность микроанализа в 2-5 %.

В данном исследовании полученное ранее в работе [5] решение прямой задачи КРСМА использовано для измерения значений массовых коэффициентов ослабления рентгеновских линий, расположенных вблизи краев поглощения, по результатам рентгеноспектрального анализа бинарных соединений, известного состава [6]. Проводился расчет зависимостей приведенных интенсивностей рентгеновских линий от энергии пучка электронов для различных значений параметра μ/ρ, и определялось искомое μ/ρ из результатов лучшего соответствия расчета и эксперимента. В Таблице 1 представлены значения массовых коэффициентов ослабления μ/ρ для Kα – линии Al в Cu и Lα – линий Pd и Ag в Au, взятые из разных источников и полученные в данной работе.

ТАБЛИЦА 1

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

№ / №	Линия излучения	Длина волны λ, Å	Поглотитель	(μ /ρ), $см^2/г$, [1]	(μ /ρ), $см^2/г$, [2]	(μ /ρ), $см^2/г$, [Михеев]
1.	Kα Al	8,337	Cu	5320	5130	3500 ± 50
2.	Lα Ag	4,154	Au	1958	—	2900 ± 50
3.	Lα Pd	4,368	Au	2232	—	3000 ± 50

1. *K.F.J. Xeinrich* In: The Electron Microprobe. Eds., J. Wiley. New York. 1966. p. 296.
2. *М.А. Блохин,И.Г. Швейцер* Рентгеноспектральный справочник. М.: Наука. 1982. 374 с.
3. *B.L. Henke, E.M. Gullikson E.M., J.C. Davis //* Atom. Data Nucl. Data Tables. 1993. Vol. 54. P. 181-342.
4. *Г. Хьюз Г., Дж. Вудхауз* в кн.: Физические основы рентгеноспектрального локального анализа, перевод с англ., под ред. И.Б. Боровского, М.: Наука. 1973. С. 203-211.
5. *Н.Н. Михеев* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014. № 9. С. 66-71.
6. *J.-L. Pouchou, F Pichoir.* In: Electron Probe Quantitation, Edited by K.F.J. Heinrich and D.E. Newbury, Plenum Press. New York. 1991. P. 31-74.

Определение диффузионной длины в нитриде галлия в случаях экситонной рекомбинации и примесной рекомбинации неравновесных носителей заряда

Н.Н. Михеев[1], Н.А. Никифорова[2], М.А. Степович[2], S. Bauer[3], C. Grund[3], J. Helbing[3], M. Hocker[3], K. Thonke[3], I. Tischer[3]

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. Разина 26, Россия

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

В продолжении работы [1], были рассмотрены возможности применения разработанной нами методики расчета диффузионной длины и времени жизни неосновных носителей заряда по зависимости интенсивности катодолюминесценции (КЛ) от энергии широкого электронного пучка при постоянном уровне генерации неосновных носителей заряда [2].

Методом КЛ нами было проведено экспериментальное исследование монокристаллического нитрида галлия, выращенного методом гидридной парофазной эпитаксии (HVPE).

Экспериментальная регистрация спектров КЛ-излучения проводилась на модифицированной установке серийного электронного микроскопа [3], оборудованной приставкой для регистрации и анализа спектров в широком диапазоне температур образца (от 295 K до ≈ 6 K). 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.

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

Для количественного описания КЛ и определения искомых электрофизических параметров исследуемого материала были использованы подхо-

ды, описанные в работах [2, 4-6]. Суть данных подходов заключается в том, что искомые электрофизические параметры полупроводника устанавливаются из результатов сравнения расчетных и экспериментальных зависимостей интенсивности КЛ $I(E_0, L, S)$ от энергии электронов пучка E_0 для конкретных значений ряда параметров: диффузионной длины L, приведенной скорости поверхностной рекомбинации S; а влияние поверхности на генерируемые неосновные носители заряда учитывается через обобщенный параметр области генерации – его центр тяжести.

Для КЛ излучения, обусловленного экситонной рекомбинацией, с понижением температуры наблюдалось уменьшение диффузионной длины и времени жизни связанных экситонов, а для КЛ излучения, связанного с примесной рекомбинацией неравновесных носителей заряда, с понижением температуры наблюдалось увеличение диффузионной длины и времени жизни неосновных носителей заряда.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (базовая часть государственного задания, задание № 340/2015, проект № 1416), а также Российского фонда фундаментальных исследований и правительства Калужской области (проект № 14-42-03062).

1. *А.Н. Поляков, M. Noltemeyer, T. Hempel, J. Christen, М.А. Степович.* Изв. РАН. Сер. физ., 2012, 76, 1082-1085.

2. *Н.Н. Михеев, В.И. Петров, М.А. Степович.* Изв. АН СССР. Сер.физ., 1991, 55, 1474-1482.

3. *G.M. Prinz, A. Ladenburger, M. Schirra, M. Feneberg, K. Thonke, R. Sauer, Y. Taniyasu, M. Kasu, and T.J. Makimoto.* Appl. Phys., 2007, 101, 023511.

4. *Н.Н. Михеев, В.И. Петров, М.А. Степович.* Изв. РАН. Сер. физ., 1992, 56, 176-182.

5. *Н.Н. Михеев, В.И. Петров, М.А. Степович, В. Аль Шаер.* Вестник МГТУ, Сер. Машиностроение, 1993, 2, 3-8.

6. *Н.Н. Михеев, И.М. Никоноров, В.И. Петров, М.А. Степович, В. Аль Шаер.* Изв. АН СССР. Сер. физ., 1990, 54, 267-270.

Размерные факторы в анализе качества перемешивания порошковых механических смесей

В.В. Мокрушин, И.А. Царева, О.Ю. Юнчина, А.А.Потехин, А.Ю.Постников

ФГУП «Российский Федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (РФЯЦ-ВНИИЭФ), 607188, Нижегородская обл., г. Саров, пр-т Мира 37, mcr@dep19.vniief.ru

Одной из важных задач, стоящих при изготовлении и использовании порошковых смесей, является контроль однородности распределения их компонентов, с помощью которого можно судить, например, о качестве перемешивания и об оптимальности выбора его режимов. Процесс перемешивания порошковых материалов для любого практического применения сводится к взаимному механическому перемещению и перераспределению друг относительно друга частиц нескольких компонентов, отличающихся определенными физико-химическими свойствами, и имеет целью получить смесь с наиболее близкими свойствами в любой из ее частей. При этом хорошо перемешанной считается та порошковая композиция, в которой все частицы смеси распределены по объему статистически равномерно [1]. Однако, достижения идеальной однородности при смешении порошковых материалов невозможно в принципе, хотя бы по определению порошковых смесей, как гетерогенных систем, т.е. неоднородных материалов в принципе. В этой связи при анализе однородности необходимо определение размерных факторов, выше которых гетерогенная система проявляет себя как однородная, в том смысле, что любое ее свойство, включая химический состав, не зависит от размера выборки [2], а ниже - перестает быть однородной и ее свойства зависят не только от размера выборки, но и от ее координатной зоны. Использование методов анализа с высоким уровнем локализации возбуждения аналитического сигнала (см. например, [3]) предполагает необходимость приведения в соответствие понятий о размерах аналитического объема [4] и области возбуждения аналитического сигнала [5], а также о минимальной представительной пробе [6], т.к. первые относятся к чувствительности и степени локальности аналитического метода, а второе – к метрологическим характеристикам анализируемого материала. Размерная неопределенность в отношении указанных терминов может привести к недостоверным результатам определения статистических показателей однородности. При завышенных количествах материала в аналитическом объеме или в области возбуждения аналитического сигнала информация о качестве перемешивания, о которой судят по показателям однородности, не является правомерной в силу того, что достаточно точное соответствие заданной рецептуре смеси в большой выборке ничего не гово-

рит о распределении компонентов в ней. При заниженных количествах материала в аналитическом объеме или высокой степени локальности показатели разброса окажутся завышенными и в сильной степени зависящими не только от масштаба, но и от координат области возбуждения аналитического сигнала.

Порошковые материалы и их механические смеси относятся к фрактальным системам не только из-за особенностей состояния поверхности частиц и кластерного характера процессов переноса в них [2,7], но и из-за того, что их свойства проявляют фрактальное поведение, т.е. зависят от масштаба, ниже какого-либо минимального размера, который носит название радиуса корреляции [2]. В наших исследованиях понятие радиуса корреляции конкретизируется и представляет собой минимальный размер области возбуждения спектров, выше которого проявляется однородное поведение, когда содержание химических элементов не зависит от масштаба, а ниже – неоднородное поведение, когда химический состав зависит от масштаба рассмотрения и от координат области возбуждения спектров. Иногда может быть выделена область микронеоднородного поведения, заключенная между двумя значениями радиусов корреляции, внутри которой наблюдается слабая зависимость аналитического сигнала от масштаба и координат. При этом во всех случаях, чем меньше значения радиусов корреляции, тем более однородной является порошковая гетерогенная система.

Использование масштабных факторов при сопоставительном анализе качества перемешивания порошковых смесей расширяет круг сведений об их однородности, позволяет объяснять тонкие отличия в свойствах и поведении смесей, связанные с качеством перемешивания.

1. *Ю.Л.Плинер, М.И.Цеханский, В.И.Болотов.* Оценка однородности смеси порошкообразных материалов. Труды ВНИИСО, выпуск VI. Издательство «Металлургия», 1970, с. 45-50.
2. *И.М.Соколов.* Размерности и другие геометрические критические показатели в теории протекания. Успехи физических наук. Том 150, вып.2, 1986, с.233-237.
3. Аналитическая лазерная спектроскопия. Пер. с англ. М.: Мир, 1982, с.131.
4. ГОСТ 8.531-2002. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценки однородности.
5. Основы аналитической химии. В двух книгах под ред. Ю.А.Золотова. Книга 1 Общие вопросы. Методы разделения. М.: Высшая школа, 2004, с.40.
6. ГОСТ 8.315-97. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.
7. *В.В.Мокрушин, П.Г.Бережко.* Обобщенная проводимость порошковых гетерогенных систем и теория перколяции // Доклады Академии Наук. Том 368, №4, 1999, с.470-473.

Методы микроскопии в исследовании морозостойких резин

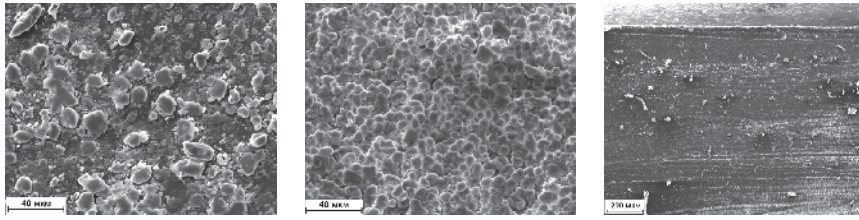
Т. Муравьёва[1],О. Столярова[1,2],Р. Гайнутдинов[3],А. Морозов[1], Д. Загорский[1,2]

[1]Институт проблем механики РАН, 119526, г. Москва, пр. Вернадского, 101, к.1
[2]НИТУ "МИСиС". Россия, 119049, г. Москва, Ленинский просп., 4
[3] Институт кристаллографии РАН, 119333. г. Москва, Ленинский пр-т, 59

Работа посвящена исследованию уплотнительных резин, предназначенных для эксплуатации при низких температурах. Подобные резины ранее изучались в работах [напр. 1-2]; они должны быть достаточно прочными и иметь высокие трибологические свойства при высокой морозостойкости. Исследовались резины на основе СКПО с различными добавками – модификаторами*:* оксид графена, ультрадисперсный политетрафторэтилен (ПТФЭ) и технический углерод (ТУ) - в различных сочетаниях и концентрациях. Целью являлось улучшение антифрикционных свойств резин.

Исследование трибологическх свойств образцов проводилось на торцевой машине трения UMT-2. Пара трения представляет собой два коаксиально расположенных образца. Измерения силы трения проводились при температурах: от -25 до +22 °С, для давлений 0.1, 0.2 и 0.3 МПа, и при скоростях скольжения от 1 до100 мм/с. Электронная микроскопия проводились на СЭМ «Philips 505» с анализатором EDAX. Изучались морфология и элементный состав поверхности. Зондовая микроскопия проводилась на СЗМ Solver P47.

Показано, что после трибологических испытаний поверхность становится более гладкой. Элементы поверхности (чаще всего- это сферические структурные единицы) становятся мельче, а их распределение по поверхности - более однородным. Так, на Рис.1 приведены изображения эластомера, модифицированного оксидом графена.

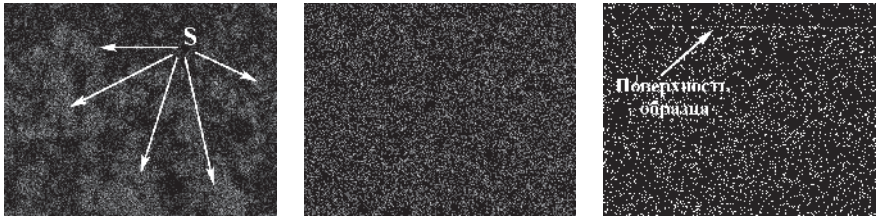


а б в

Рис.1. Поверхность – а) - исходная, б) - после трибоиспытаний, в) – срез

При исследовании элементного состава изучалось как общее распределение элементов, так и распределение по отдельным элементам – картирование.

На Рис.2 приведены результаты исследования распределения серы по поверхности этого образца до и после испытаний, а также на срезе.



исходная после испытаний торцевой срез

Рис.2. Картирование содержания серы на поверхности эластомера

Анализ торцевого среза показал, что распределение серы достаточно равномерное; различия наблюдаются лишь в тонком поверхностном слое, толщина которого составляет доли микрона (см. Рис.2). В целом в работе показано, что именно этот поверхностный слой обогащён одними элементами (сера и цинк) и обеднён другими элементами (кислород и алюминий). Отметим, что во фторсодержащих образцах фтор (в отличие от других элементов) распределяется неравномерно по объёму, часто он концентрируется в виде сферических включений. Показано, что на поверхности исходных образцов химические элементы распределены достаточно равномерно. Добавление модификаторов приводит к сглаживанию поверхности, при этом соответственно изменяется её химический состав. Сера часто «агломерирует», как правило, в частицы сферической формы.

Методом СЗМ показано, что добавление ПТФЭ увеличивает адгезию, а добавление ТУ приводит к значительному снижению адгезии. Методами модуляции силы и силовой спектроскопии (см.[3]) нами впервые были изучены вязко - упругие свойства этого типа материалов. Пример - на Рис.3.

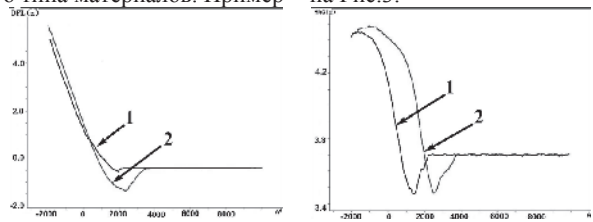


Рис.3.СЗМ: слева - кривые сила-расстояние (кантилевер -поверхность образца; справа - вязкоупругие свойства образцов (1-кривая подвода, 2-отвода)

Сравнение различных СЗМ кривых показал, что добавление технического углерода приводит к увеличению жесткости каучуковых образцов.

Работа поддержана грантом РНФ 14-29-00198. Авторы выражают благодарность Портнягиной В.В.и Петровой Н.Н. за предоставление образцов.

1. *Портнягина В.В.,, Петрова Н.Н.*Каучук и резина,2014, №6, 40-43
2. *Морозов А.В., Муравьева Т.И, и др.*Каучук и резина,2015, №6, 24-29
3. *Д.В. Лебедев, А.А Бухараев и др.* Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. вып. 8, 54-61.

Исследование структуры материала, полученного спеканием стружки разнородных сталей, методами электронной микроскопии

А.А. Никулина, А.И. Смирнов, И.Н. Градусов, П.А. Рябинкина, М.В. Рашковец

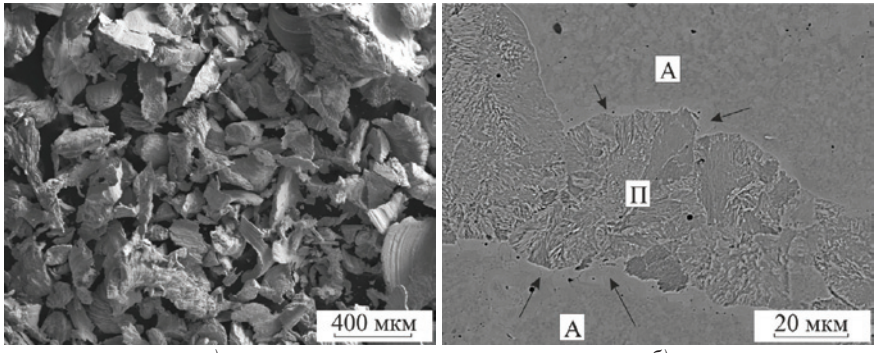
Новосибирский государственный технический университет, 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, Россия

Искровое плазменное спекание представляет собой сравнительно новый метод получения материалов. Он характеризуется быстрым повышением температуры, коротким временем спекания и равномерным нагреванием спекаемых частиц. Это обеспечивается высоким значением импульсного постоянного тока. Метод привлек огромное внимание и нашел свое применение в области изготовления керамики, металлокерамики, нанокомпозиционных, функциональных и других материалов [1-3].

Цель нашей работы заключалась в формировании модельного композиционного материала, обладающего большим количеством границ между разнородными микрообъемами, и исследовании особенностей формирующихся структур. Реализовать это возможно в условиях искрового плазменного спекания. В качестве материалов для спекания были выбраны стали У8 и 12Х18Н10Т, обладающие в исходном состоянии перлитной и аустенитной структурами, соответственно. Порошки сталей были получены механическим способом. Компактирование осуществляли на установке искрового плазменного спекания SPS10-4 Advanced Technology в ТПУ (г. Томск). Определяющими параметрами являлись температура, составляющая 1100 °С, и давление - 60 МПа. Варьировали временем выдержки, которое изменяли от 5 до 25 минут. Образцы для структурных исследований подготавливали с использованием стандартных технологий шлифования и полирования. Структуру материала и химический состав изучали на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO50 XVP с энергодисперсионным анализатором INCA.

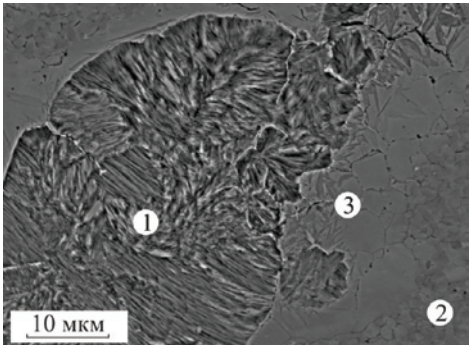
Смесь исходных порошков представлена на рис. 1а. Анализ структуры, полученной в результате спекания порошков композиции (рис. 1б), и данные микрорентгеноспектрального анализа (рис. 2) свидетельствуют о формировании переходного слоя (спектр 3) между участками с перлитным (спектр 1) и аустенитным (спектр 2) строением. За счет диффузионных процессов содержание легирующих элементов в них находится на уровне 3 - 6 % вес. для хрома и 1 - 3 % вес. для никеля. В результате при охлаждении в них формируется аустентно-мартенситная структура.

Таким образом, метод искрового плазменного спекания позволил сфор-



а) *б)*

Рис. 1. Смесь исходных порошков сталей (а) и структура полученной композиции (б). П - перлит, А - аустенит, стрелками указан переходный слой.



Номер спектра/ содержание химического элемента, мас. %	1	2	3
Cr	-	17,8	5,5
Ni	-	10,3	2,4

Рис. 2. Результаты микрорентгеноспектрального анализа по легирующим элементам разнородных участков.

мировать модельный материал, необходимый для дальнейших исследований.

1. *Song S.-X., Wang Z., Shi G.-P*. Heating mechanism of spark plasma sintering // Ceramics International. 2013. v. 39. pp. 1393–1396.

2. *Anselmi-Tamburini U., Gennari S., Garay J.E., Munir Z.A*. Fundamental investigations on the spark plasma sintering // Materials science and Engineering. 2005. v. 394. pp. 139-148.

3. *Gleiter H.* Nanostructured materials: Basic concepts and microstructure // Acta materialia. 2000. v. 48. pp. 1-29.

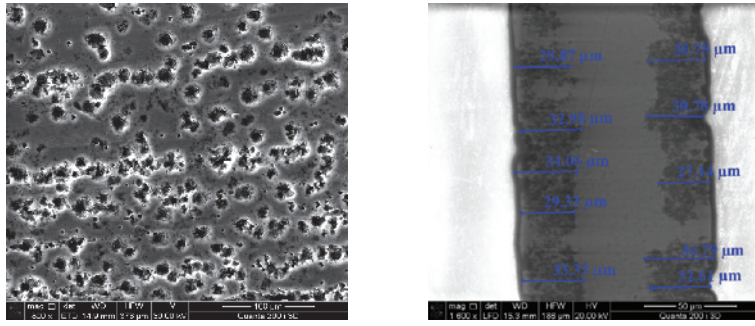
Исследование микроструктуры анодных алюминиевых фольг, применяемых в производстве электролитических конденсаторов

К.Н. Нищев[1], М.И. Новопольцев[1], А.В. Степанов[2], В.П. Мишкин[1], Д.С. Горбунов[1]

[1]*ФГБОУ ВПО «Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева», 430000, г. Саранск, ул. Большевистская, 68, Россия*
[2]*ОАО «Элекон», 427968, г. Сарапул, ул. Калинина, 3, Россия*

С использованием РЭМ Quanta 200i 3D FEI исследована микроструктура приповерхностных слоев низковольтных и высоковольтных анодных алюминиевых фольг, различающихся режимами их электрохимического травления в процессе производства электролитических конденсаторов.

На рис. 1 приведены РЭМ-изображения микроструктуры приповерхностного слоя травленной низковольтной алюминиевой фольги AN8-0,1 ($C_{уд}$ = 2600 – 2700 мкФ/дм^2).

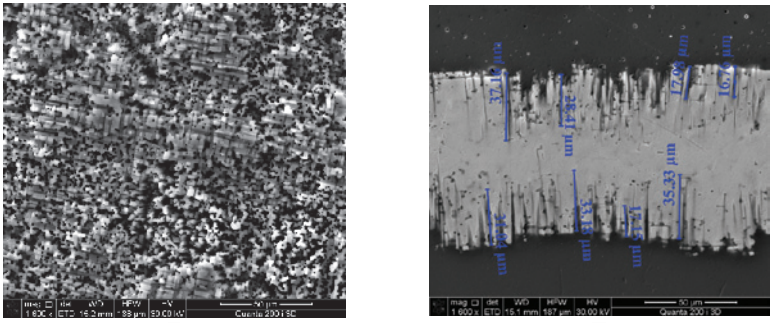


а б

Рис. 1. Микроструктура приповерхностного слоя травленной низковольтной алюминиевой фольги AN8-0,1 ($C_{уд}$ = 2600 – 2700 мкФ/дм^2). а – РЭМ-изображение поверхности фольги, б – РЭМ-изображение поверхности поперечного шлифа.

Из рис. 1 следует, что в результате электрохимического травления низковольтных фольг в приповерхностном слое протяженностью до 35 мкм образуется неупорядоченная система открытых пор, локализованных вблизи отдельных центров наиболее интенсивного травления, хаотически расположенных на поверхности фольги.

Кардинально иной характер имеет микроструктура приповерхностного слоя высоковольтных фольг. На рис. 2 представлены РЭМ-изображения поверхности и торцевого сечения травленой высоковольтной алюминиевой фольги АВ8-0,0116 ($С_{уд}$ = 83,5 – 90,5 мкФ/дм^2).



а б

Рис. 2. Микроструктура приповерхностного слоя травленной высоковольтной фольги АВ8-0,0116 ($С_{уд}$ = 83,5 – 90,5 мкФ/дм^2).
а – РЭМ-изображение поверхности фольги, б – РЭМ-изображение поверхности поперечного шлифа.

Как следует из этого рисунка, в результате электрохимического травления в объеме высоковольтных фольг формируются весьма протяженные узкие каналы, занимающие более половины объема материала.

Из представленных результатов следует, что как в случае электрохимического травления низковольтных фольг, так и в случае травления высоковольтных фольг в их приповерхностном слое образуются весьма неупорядоченные пористые структуры, параметры которых сложно контролировать. В связи с этим весьма актуальной является задача получения контролируемых пористых структур на поверхности анодных алюминиевых фольг.

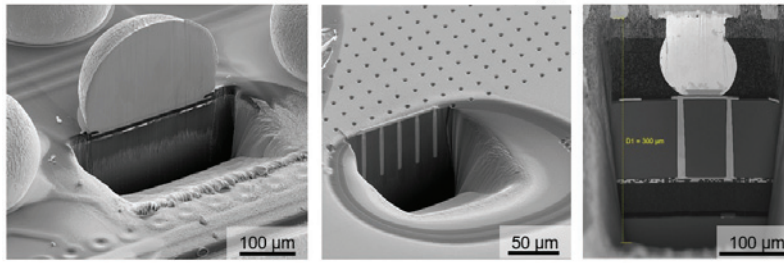
Analysis of advanced microelectronic devices by means of electron microscopy

K. Novotný[1], L. Hladík[1], M. Šikula[2], Sharang[2], J.V. Oboňa[2], T. Hrnčíř[2], A. Denisyuk[1]

[1] *TESCAN ORSAY HOLDING, Libušina třída 21, Brno, Czech Republic*
[2] *TESCAN Brno, Libušina třída 1, Brno, Czech Republic*

Electron microscopy is widely used in inspection of microelectronic devices in case of failure analysis or reverse engineering. Typically, these include making of cross-sections or thin-sections (lamellae) by focused ion beam (FIB) and subsequent investigation of the results by scanning or transmission electron microscopy (SEM and TEM). Such techniques allow to inspect chip design, dimensions of elements, quality of interfaces etc. However, shrinking sizes of microelectronic devices [1] require developing new methods and instruments for their analysis.

In this talk we discuss analysis of various most recent microelectronic devices by means of electron microscopy using our unique approaches. Our talk consists of two main parts. In the first part we will present results on analysis of advanced chip packaging technologies such as 2.5D package or TSV using Xe Plasma FIB-SEM instruments. Xe Plasma FIB provides current of up to 2 µA which allows fast and site-specific cross-sectioning and subsequent SEM imaging (Fig. 1). Cross-sections with dimensions exceeding 100 µm will be demonstrated, emphasizing the mitigation of FIB artifacts by means of alternating direction of ion milling using Rocking stage technology [2].



a) ***b)*** ***c)***

Fig. 1. Analysis of advanced chip packaging. Cross-sections with depth of more than 100 µm were cut by means of Xe Plasma FIB: (a) solder ball, (b) TSV, (c) 2.5D package

In the second part we will speak about FIB-SEM and TEM analysis of integrated circuits (IC) based on state-of-the-art 14 nm node technology with multigate transistors. Here we present results of delayering of ICs by means of specially developed technique based on gas-assisted Xe plasma FIB etching (Fig. 2). In contrast to mechanical polishing Xe Plasma FIB delayering does not damage the

structure due to small amorphisation in case low energy Xe ions impact [3]. Usage of gas chemistry allows to achieve uniform removal of different materials in ICs.

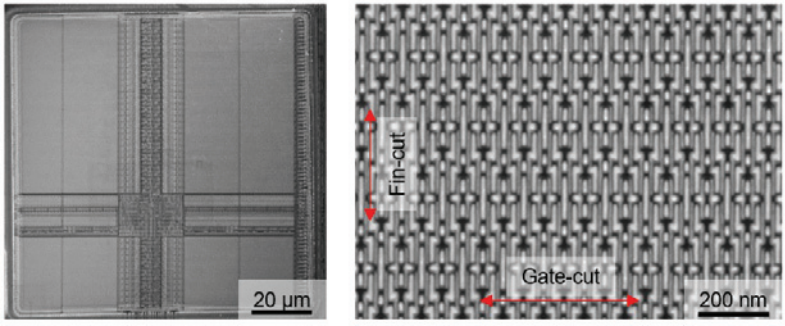
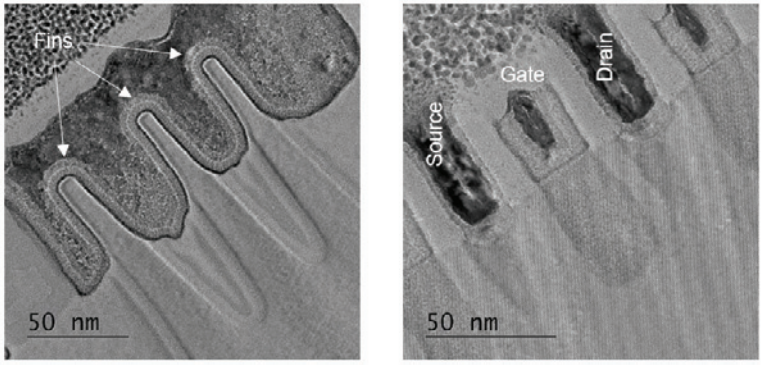


Fig. 2. Delayering of 14 nm chip by means of gas-assisted Xe Plasma FIB etching. A window of 100×100 µm was delayed down to the first metal layer M1 (just above the transistors).

In the next step of IC analysis, we demonstrate results on preparation of TEM lamellae by means of Ga FIB-SEM (Fig. 3). Such lamellae must be artefact-free with a thickness proportional to the IC technology node. Various techniques of preparation of sub-20 nm thick lamellae are discussed. The attention is also paid to lamella preparation on Rocking stage that allows to effectively eliminate curtaining artefacts which appears in case polishing materials with different milling rates.



a) *b)*

Fig. 3. TEM images of lamellae prepared by means of Ga FIB-SEM from a 14 nm chip: (a) a "fin-cut" lamella from a single gate layer, (b) "gate-cut" lamella from a single fin layer.

1. http://www.itrs2.net/
2. T. Hrnčíř, J. Dluhoš, L. Hladík, E. Moyal, J. Teshima, and J. Kopeček, 40th ISTFA Conf. Proc. (2014), p. 136.
3. T. Hrnčíř, J. V. Oboňa, M. Petrenec, J. Michalička, C. Lang, 41th ISTFA Conf. Proc. (2015), p. 60.

Влияние ионизирующих излучений на морфологию поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$

И.Р. Нуриев[1], М.А. Мехрабова[2], А.М. Назаров[1], Р.М. Садыгов[1], Т.И. Керимова[2]

1 *Институт физики им. академика Г.М.Абдуллаева НАН Азербайджана, AZ1143, г. Баку, пр. Г. Джавида, 131, Азербайджан*
2 *Институт Радиационных Проблем НАН Азербайджана, AZ1143, г. Баку, ул. Б. Вахабзаде, 9, Азербайджан*

Полупроводниковые соединения типа $A^{IV}B^{VI}$ и твердые растворы на их основе широко применяются в изготовлении различных приборов ИК техники, работающих в условиях радиации. В последние годы широко исследуются твердые растворы, содержащие магнитные компоненты. В этих материалах в магнитном поле необычно изменяется энергетический спектр носителей заряда, благодаря чему появляется возможность управления свойствами структур на их основе с помощью магнитного поля и температуры. Широкое распространение получили эпитаксиальные пленки этих материалов. Создание приборов на основе указанных материалов требует получение пленок со стабильными свойствами.

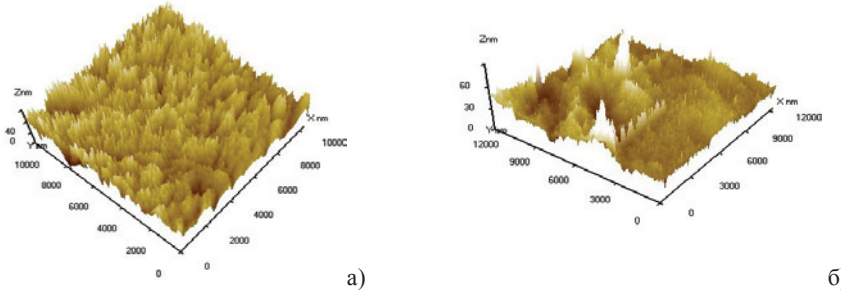
Известно, что приборы создаются в тонких приповерхностных слоях кристаллов. Поэтому, структура и морфология поверхности кристаллов играет важную роль при изготовлении приборов и проведение исследовании в данном направлении имеет важное научно-практическое значение.

Использование различных приборов в условиях радиации предъявляет к ним определенные требования по стабильности параметров. В связи с этим основное внимание уделяется исследованию влияния ионизирующих излучений на структуру и морфологию поверхности эпитаксиальных пленок, на основе которых изготавливаются указанные приборы.

Настоящая работа посвящена исследованию решения указанных задач в эпитаксиальных пленках $Pb_{1-x}Mn_xTe$ (x=0.04) толщиной 0.5÷0.8 мкм, выращенных на монокристаллических подложках BaF_2, методом конденсации молекулярных пучков в вакууме 10^{-4} Па. Эпитаксиальные пленки с совершенной кристаллической структурой и направлением роста (111) были получены при температуре подложки 673 К.

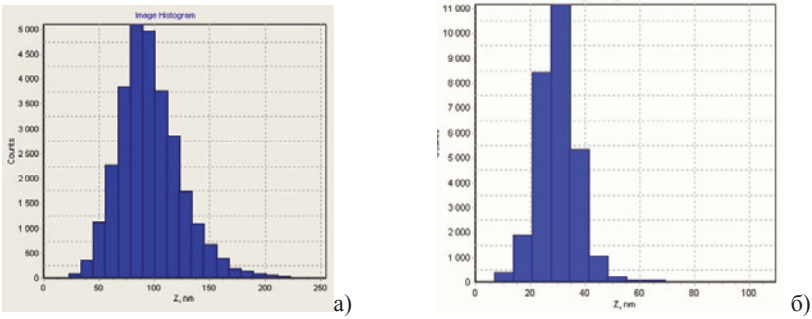
Облучения пленок проводилось при дозах D_γ=10÷25 кГр на установке MRX γ-25 с изотопным источником Co^{60} (E=1.25 МэВ). Морфология поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$ (x=0.04) исследовалась на атомно-силовом микроскопе (АСМ) СЗМУ-Л5.

Были получены трехмерные изображения поверхности и гистограммы-распределение кристалликов по размерам исследуемых пленок до и после облучения (рис.1а,б и рис.2а,б).



а) б)

Рис. 1. Трехмерные АСМ - изображения поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$ (x=0.04): а – до облучения и б – после облучения γ-лучами.



а) б)

Рис. 2. Гистограммы АСМ - изображения поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$ (x=0.04): а – до облучения и б – после облучения γ-лучами.

Анализ представленных рисунков показывает, что после облучения высота и размеры кристалликов уменьшаются соответственно: с 60 нм до 45 нм и с 100 нм до 40 нм. При этом их количество растут в 2 раза (от 5000 до 11000). Поверхность исходных образцов характеризуются наличием равномерно распределенных структурных дефектов, обусловленных условием получения эпитаксиальных пленок. В результате облучения γ-квантами образуются вторичные электроны, которые приводят к ионизации поверхности кристалла. Выявлено, что динамика изменения рельефа поверхности исследуемых пленок зависит от величины поглощенной дозы гамма облучения. Облучения выше D_γ=25 кГр приводит к ухудшению структуры поверхности эпитаксиальных пленок $Pb_{1-x}Mn_xTe$.

Электронно-микроскопические исследования микроструктуры биаксиально-текстурированных лент из сплава Cu-Fe как возможного кандидата в качестве подложки для ВТСП лент второго поколения.

А.В. Овчаров[1], А.Ю. Дегтяренко[1], Ю.В. Хлебникова[2], Ю.М. Чесноков[1], С.В. Шавкин[1], А.Л. Васильев[1,3]

1 Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва
2 Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург
3 Институт кристаллографии РАН, Москва

В настоящее время ленточные многослойные провода на основе высокотемпературной сверхпроводящей керамики (так называемые ВТСП второго поколения) являются перспективным материалом, на основе которого может быть построена электроэнергетика нового типа. Известно, что для создания необходимой текстуры в сверхпроводящем слое некоторые производители ВТСП лент используют в качестве подложки для последующего нанесения буферных и сверхпроводящих слоев биаксиально-текстурированный никелевый сплав или поликристаллические ленты из нержавеющей стали или хастеллоя (в этом случае необходима технология IBAD для получения ориентированных буферных слоев на основе YSZ и MgO_2). В поисках удешевления технологии производства и для снижения магнитных характеристик никелевых сплавов осуществляется активный поиск альтернативных материалов ленты-подложки для ВТСП. В частности, авторами работы [1] была продемонстрирована возможность получения острой кубической текстуры в сплавах меди с железом (в количестве 1.2 - 1.6 ат %) после холодной деформации и последующего рекристаллизационного отжига. Перспективы использования данных сплавов в качестве подложки для ВТСП связаны с их низкой стоимостью и слабыми магнитными характеристиками. На этих подложках в НИЦ «Курчатовский институт» планируется выпустить экспериментальные партии ВТСП проводов. [2]

В данной работе методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии (П/РЭМ) в НИЦ «Курчатовский институт» были исследованы образцы таких лент-подложек, изготовленных в УрО РАН. Образцы для П/РЭМ были приготовлены с помощью фокусированного ионного пучка в сканирующем электронно-ионном микроскопе Helios DualBeam 600 (FEI, США). Морфологические особенности лент изучались в просвечивающем растровом электронном микроскопе TITAN 80-300 (FEI, США).

Исследования показали, что в подложках в медной матрице присутствуют равномерно распределенные дисперсные частицы округлой формы

с характерным размером до 50 нм. Проведенный энергодисперсионный рентгеновский микроанализ показал, что частицы состоят преимущественно из железа.

В докладе обсуждаются механизмы формирования и концентрация наночастиц железа, существенно улучшающих прочностные характеристики композиционного сплава.

1. *Ю.В. Хлебникова, И.В. Гервасьева, Т.Р. Суаридзе, Д.П. Родионов, Л.Ю. Егорова,* Создание текстурированных лент-подложек из сплавов Cu-Fe для высокотемпературных сверхпроводников второго поколения, Письма в ЖТФ, (2014), т.40, вып.19, 27–33.

2. *А.Ю.Дегтяренко, Ю.В.Хлебникова, С.Ю.Гаврилкин, П.Н. Дегтяренко, Е.А. Головкова, А.В. Овчаров, А.С.Иванов*, Текстурированные медные ленты-подложки для сверхпроводящих покрытий, Сборник трудов 3-й национальной конфернции по прикладной сверхпроводимости (2015).

Характеризация нанопористых частиц диоксида кремния, перспективных для диагностики и лечения онкологических заболеваний, электронно-зондовыми методами

К.Н. Орехова, В.А. Кравец, Д.А. Кириленко, Д.А. Еуров, Д.А. Курдков, В.Г. Голубев, М.В. Заморянская

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия

В настоящей работе представлено комплексное исследование нового материала – монодисперсных сферических мезопористых частиц диоксида кремния, с синтезированным в порах ($d_{пор}$ = 3 нм) оксидом гадолиния, легированного европием ($mSiO_2/Gd_2O_3:Eu^{3+}$). Данный материал на сегодняшний день представляет большой интерес в такой области наномедицины, как тераностика – частицы, дополнительно покрытые незаполненной оболочкой $mSiO_2$, являются средством для магнитно-резонансной томографии с контрастом и яркими люминесцентными биомаркерами, а также могут применяться в таком методе лечения онкологических заболеваний, как нейтрон-захватная терапия.

Исследование состава частиц производилось методом рентгеноспектрального микроанализа. Размер и форма частиц были определены при помощи растровой электронной микроскопии (рис. 1). Структурные свойства материала были охарактеризованы при помощи просвечивающей электронной микроскопии и рентгенодифракционного фазового анализа.

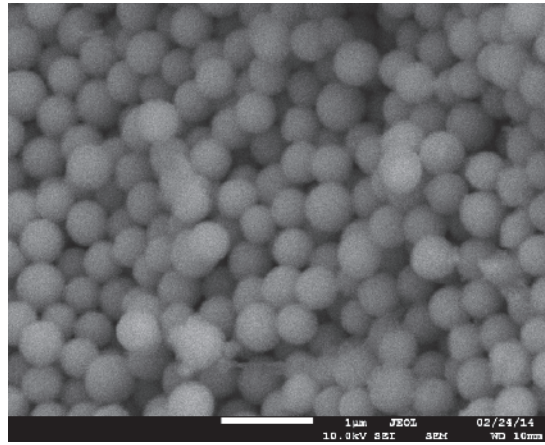


Рис. 1. РЭМ изображение $mSiO_2/Gd_2O_3:Eu^{3+}$

Метод локальной катодолюминесценции (КЛ) применялся для исследования спектров излучения материала, а также времен затухания полос люминесценции. За счет относительно высокой энергии электронного пучка (10-20 кэВ), удалось возбудить высокоэнергетические уровни в люминесцентных центрах (Eu^{3+} и Gd^{3+}) и впоследствии идентифицировать полосы люминесценции в УФ и ближней УФ области спектра. На основании полученных спектров катодолюминесценции (рис. 2) был проведен анализ локального окружения ионов Eu^{3+} и Gd^{3+}, что было бы затруднительно сделать, применяя исключительно традиционные методы структурного анализа. Благодаря комплексному подходу, было выявлено, что в процессе синтеза материал внутри пор реагирует с кремнием, формируя при этом аморфное соединение оксиапатитного типа, которое в процессе дополнительно отжига кристаллизируется в гексагональную структуру $Gd_{4.67}(SiO_4)_3O$.

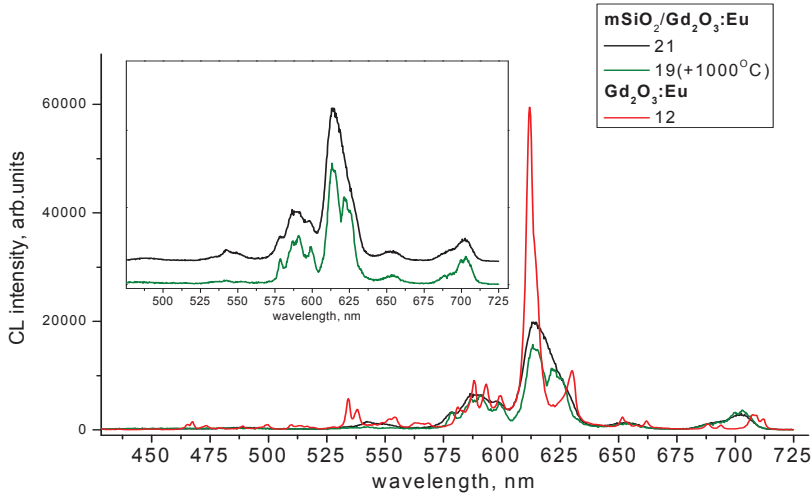


Рис. 2 Спектры катодолюминесценции частиц $mSiO_2/Gd_2O_3:Eu^{3+}$ (на вставке, сверху – без отжига, снизу – при отжиге T = 1000°C) и их же, в сравнении с микрокристаллическим порошком $Gd_2O_3:Eu^{3+}$ (основной график)

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП "Материаловедение и диагностика в передовых технологиях", поддержана Минобрнауки России (Соглашение о предоставлении субсидии №14.621.21.0007 id RFMEFI62114X0007). При финансовой поддержке программой фундаментальных исследований Президиума РАН «Фундаментальные и прикладные проблемы фотоники и физика новых оптических материалов».

Пространственное распределение дефектов в плоскости скольжения дислокации в кремнии

В.И. Орлов[1,2], О.В. Феклисова[1], Н.А. Ярыкин[1], 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. Несмотря на довольно продолжительную историю их изучения, природа дислокационных следов остается предметом дискуссий.

Для изучения дислокационных следов в работе использовались методы EBIC и LBIC. Существенное отличие методов заключается в разной форме и размере областей, в которых генерируются электрон-дырочные пары. В случае LBIC глубина проникновения света может варьироваться в широких пределах путем изменения длины волны света и достигать десятков и сотен микрометров. Расчеты показывают, что большая глубина проникновения света в методе LBIC значительно повышает чувствительность этого метода к протяженным дефектам.

В работе использовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния, выращенные методом Чохральского n-типа. Концентрация легирующей примеси (фосфор) была [P] = $4 \cdot 10^{13} cm^{-3}$. Образцы имели форму прямоугольных призм размером 30 x 4x1 $мм^3$. Использовались образцы двух кристаллографических ориентаций (111), (112), (110) и (100), (110), (110). Символы граней приведены в последовательности убывания их площади. Индивидуальные дислокации вводились на поверхности (111) или (100) от концентраторов напряжений – укол алмазного индентора. Расстояние между уколами было 1 мм. Нагружение осуществлялось методом четырехопорного изгиба вокруг оси [112] или [110] при температуре 873К.

Исследования методом EBIC проводились на электронном микроскопе JSM 840 фирмы Jeol при комнатной температуре, энергии пучка 35 кэВ и токе пучка порядка 10^{-10} А. Для получения изображения LBIC нами была изготовлена установка на основе оптического микроскопа и сканирующего столика. В качестве возбуждающего светового луча использовался полупроводниковый лазер с длиной волны 980 нм (глубина проникновения порядка 150 мкм), мощность лазера составляла 20 мВт.

В результате проведенных исследований был получен новый экспериментальный факт - рекомбинационно-активные дислокационные следы всегда формируются только за одним из трех сегментов дислокационной полупетли. Независимо от знака деформации (сжатие или растяжение) и кристаллографической ориентации образцов (плоскость наблюдения (111) или (100)) дефекты формируются только за одним 60° сегментом, тогда как за винтовым и вторым 60° сегментами дефекты не выявляются. Наиболее вероятно это связанно с расщеплением дислокаций – только тот дислокационный сегмент формирует рекомбинационно-активные дефекты, у которого лидирующей является 90° частичная дислокация.

В работе обсуждается природа образования дислокационных следов скольжения и выдвигается несколько возможных механизмов их образования.

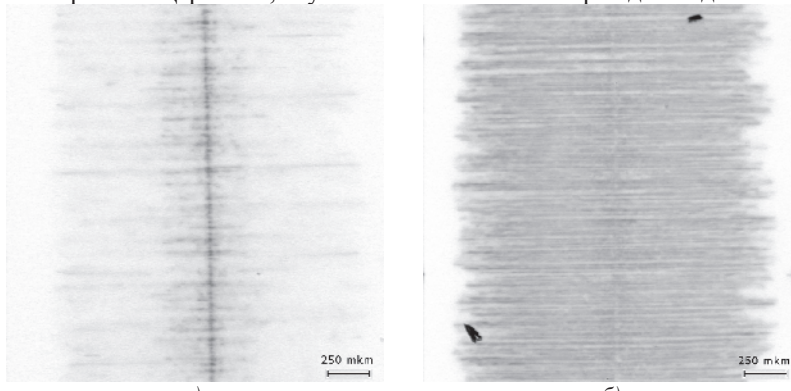
EBIC и DLTS исследования электрической активности следов за дислокациями в кремнии

В.И. Орлов[1,2], О.В. Феклисова[1], Е.Б. Якимов[1,3]

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

Движение дислокаций в кремнии сопровождается формированием протяжённых дефектов – так называемых следов за дислокациями. Следы за дислокациями являются электрически активными дефектами и проявляют, как правило, заметную рекомбинационную активность [1-4]. Было обнаружено, что след за дислокациями может обладать весьма неоднородным контрастом, сильно различающимся по величине даже в пределах одной дислокационной петли [5,6]. Проведенные ранее исследования позволили разработать методы введения дислокаций с разной рекомбинационной активностью следов за ними, что может служить хорошей основой для измерения спектра энергетических уровней, связанных с дефектами в следах.

В настоящей работе методами наведенного электронным пучком тока (EBIC) и нестационарной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) исследовалась электрическая активность следов за дислокациями со стороны растяжения и сжатия в образцах, вырезанных из промышленной пластины кремния p-типа. Царапина, служившая источником зарождения дислока-



а) *б)*

Рис. 1. Изображения EBIC (JSM 840 A): а) следы за дислокациями со стороны растяжения; б) тот же участок образца после следования дислокаций в обратном направлении.

ций, наносилась на поверхность {100}.Образцы подвергались четырёхточечному изгибу при 600º С, дислокации при этом двигались вдоль направления <110>.

После деформации со стороны растяжения позади боковых сегментов дислокаций EBIC контраст от следов практически отсутствовал, и наблюдался лишь в центральной части петли вблизи царапины (Рис. 1(а)). Только отдельные ряды пробежавших дислокаций обладали контрастом ~ 1÷4 %. В спектре DLTS пиков, характерных для следов за дислокациями, также не наблюдалось.

После того, как образец подвергся повторной деформации, при которой сторона растяжения служила стороной сжатия, и дислокации двигались в обратном направлении, в режиме EBIC контраст от следов за дислокациями достигал значения ~ 20 % (Рис. 1(б)). В спектре DLTS после движения дислокаций в обратном направлении (сжатия) наблюдалось появление уширенного пика при температуре ~228 К. Похожий пик в спектре DLTS исследовался в работе [4], где на основании количественного анализа, было сделано предположение о том, что его появление обусловлено электрически активными дефектами, образующимися в следах за дислокациями. Полученные результаты позволяют связать измеренный методом DLTS спектр глубоких уровней с дефектами, ответственными за формирование рекомбинационного контраста в следах за дислокациями.

1. *V. G. Eremenko, V. I. Nikitenko, and E. B. Yakimov.* Sov. Phys. JETP Lett., 1978, 26, 65.

2. *E. B. Yakimov, I. E. Bondarenko, and N. A. Yarykin.* Defects in semiconductors, Mater. Sci. Forum, Trans Tech Publications, Switzerland, 1986, 10–12, 787-790.

3. *I. E. Bondarenko, H. Blumtritt, J. Heydenreich et al.*. Phys. Stat. Sol. (a), 1986, 95, 173.

4. *O.V. Feklisova, E.B. Yakimov, N. Yarykin.* Physica B, 2003, 340-342, 1005-1008.

5. *O.V. Feklisova, V.I. Orlov, E.B. Yakimov*. Phys. Stat. Sol. (c), 2015, 12(8), 1081-1084.

6. *V.I. Orlov, E.B. Yakimov, N. Yarykin.* Sol. Stat. Phenom., 2016, 242, 155-159.

Диэлектрический и пьезоэлектрический отклики в тонких пленках PZT при варьировании температуры кристаллизации фазы перовскита.

В.В. Осипов[1], Д.А. Киселев[2], С.В. Сенкевич[3], И.П. Пронин[3], А.С. Сидоркин[4]

1 Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена, 191186, Санкт-Петербург, набережная реки Мойки 48, Россия
2 Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119991, г. Москва, Ленинский пр. 4, Россия
3Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул. 26, Россия
4, Воронежский государственный университет, 394036, Университетская пл.,1, Россия

Серьезным недостатком в технологии получения пленок PZT являются потери свинца в процессе высокотемпературной кристаллизации перовскитовой фазы пленок из-за высокой летучести паров оксида свинца, вне зависимости от того, каким способом – физическим или химическим, эти пленки выращиваются. Для компенсации потерь свинца в процессе формирования тонких пленок PZT в мишень или химический раствор добавляют избыточное количество свинца. Относительно небольшой избыток оксида свинца, который может сохраняться в виде нановключений на интерфейсах и межкристаллитных границах, приводит к существенным изменениям свойств пленок [1,2]. Целью работы являлось изучение влияния избыточного свинца на структурные и физические параметры тонких пленок PZT.

Получение тонкопленочных образцов PZT осуществлялось по двухстадийной технологии методом ВЧ магнетронного распыления [3]. Микроструктура и состав пленок исследовалась с помощью растрового сканирующего микроскопа EVO-40, оснащенного энергодисперсионной приставкой INCA. Диэлектрические параметры пленок определялись с помощью измерителя иммитанса E7-20 и модифицированной схемы Сойера-Тауэра. Пьезоэлектрические свойства исследовались методом силовой микроскопии пьезоотклика с использованием платформы Ntegra Prima (НТ-МДТ, Зеленоград).

Показано, что в субмикронных пленках PZT, сформированных на подложках $Pt/TiO_2/SiO_2/Si$ и отожженных при 535-570^oC, необычные изменения диэлектрической проницаемости, удельного сопротивления, униполярности, внутреннего поля определяются вариациями избыточного оксида свинца, вызванными конкуренцией механизмов зарождения фазы перовскита на интерфейсах и в объеме сегнетоэлектрического слоя (рис. 1 и 2).

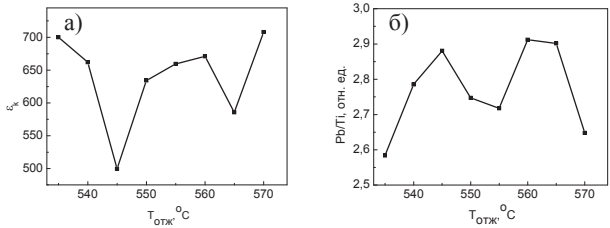


Рис. 1. Зависимости изменения эффективной диэлектрической проницаемости ε_k (а) и атомного соотношения свинца к титану (Pb/Ti) (б) с ростом температуры отжига.

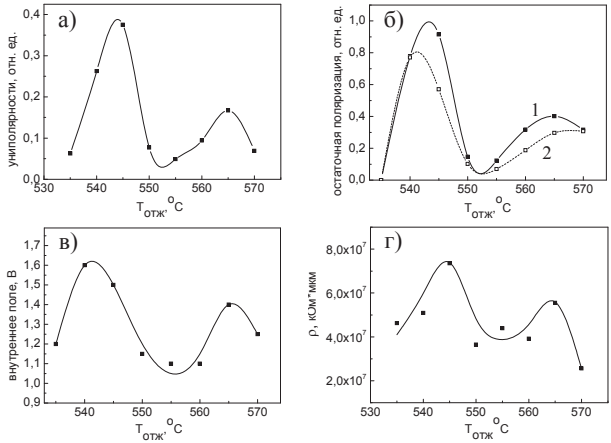


Рис. 2. Изменения величины униполярности (а), остаточной поляризации (б), измеренной сразу после приложения +40 В и -40 В (кривая 1) и после 10 мин старения (кривая 2), величины внутреннего поля (в), удельного сопротивления (г) пленок PZT в зависимости от температуры отжига.

Внутреннее поле и естественная униполярность (самополяризация) фиксировались во всех исследованных образцах, однако степень униполярности, достигая максимальных значений только при высоких значениях внутреннего поля (выше 50 кВ/см), радикально изменялась в соответствии с изменением содержания избыточного оксида свинца в тонких пленках при вариации температуры их формирования. Причины аномального поведения физических характеристик обсуждаются.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований в рамках проектов № 16-02-00632 и №16-32-50039 мол_нр.

1. *G. Teowee, J.M. Boulton, K. McCarthy, E.K. Franke, T.P. Alexander, T.J. Bukowski, D.R. Uhlmann.* Integr. Ferroelectrics. 1997. V.14. P.265-273.

2. *В.П. Афанасьев, Г.Н. Мосина, А.А. Петров, И.П. Пронин, Л.М. Сорокин, Е.А. Тараканов.* Письма в ЖТФ. 2001. Т.27, №11. С.56-63.

3. *И.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич, В.А. Климов, Н.В. Зайцева, Т.А. Шаплыгина, В.П. Пронин, С.А. Кукушкин.* Физика твердого тела, 2010, 1, 124-128.

Исследование упругих деформаций преобразователей датчиков физических величин

Н.М. Парфёнов[1], С.П. Тимошенков[2], А.С. Тимошенков[2]

[1]МАИ, 125993, ГСП-3, Волоколамское шоссе,4
[2]МИЭТ, 124498, Москва-Зеленоград, пр-д 4806, строение 1

Авиационно-космическая и высокотехнологичная техника в условиях воздействия ударных и вибрационных нагрузок, повышенной влаги, широкого диапазона температур предъявляют высокие требования к параметрам датчиков физических величин и другим МЭМС- устройствам.

Для формирования преобразователей микроакселерометров и датчиков давления мембранного типа используется высокотехнологичный монокристаллический кремний ориентации (100).

Принцип работы преобразователя различной конструкции основан, на упругой деформации (прогиб) кремниевой пластины. В этом случае важную роль играет допустимая величина деформации, которая в последствии может оказать влияние на надёжность и стабильность приборов в процессе их эксплуатации.

Поскольку чувствительный элемент преобразователя имеет многослойную и рельефную структуру, то для его изготовления требуется нестандартный подход при подборе технологических режимов и методов травления кремния.

Исследование процесса глубинного травления рельефной структуры проводилось с помощью анизотропного химического травления в щелочном растворе КОН с использованием специальных фотошаблонов для контактной фотолитографии.

К сожалению, упругие деформации преобразователя неразрывно связаны с возникновением локальных механических напряжений исследуемой структуры, которые могут возникать на протяжении всего технологического процесса [4]. До сих пор пока не существует определённой методики, с помощью которой можно было провести теоретические и экспериментальные исследования механических напряжений в преобразователях датчиков.

Целью исследований являются разработка конструкции и технологии изготовления датчиков физических величин, определение технологических режимов травления кремния с целью получения допустимых максимальных упругих деформаций чувствительных элементов преобразователей, чувствительности, нелинейности выходного сигнала.

По результатам анализа с помощью растрового электронного микроскопа Hitachi TM-3000 и атомно-силового микроскопа были получены изображения топографии локальных областей мембраны, обнаружены на её

поверхности микротрещины, а на границе раздела переходного слоя стекловидного диэлектрика и мембраны поры, пустоты и включения инородных частиц. С помощью растрового электронного микроскопа Quanta 200 3D на боковой поверхности (111) тензорамки преобразователя были обнаружены многочисленные ямки и ступеньки.

Наличие локальных дефектов: микротрещин, пор, пустот и инородных включений, ямок и ступенек травления, пока не позволяет сделать однозначные выводы о причинах их возникновения и способах устранения. Поэтому необходимо провести дополнительные исследования.

Результаты проведённых исследований позволили частично оптимизировать технологические режимы, снизить механические напряжения и скорректировать конструкцию преобразователей.

1. Микросистемная техника. Моделирование, технология, контроль: Сб. научн. Трудов / Под ред. *С.П. Тимошенкова*. М.: МИЭТ. 2007. 208 с.
2. *Тимошенков С.П., Бойко А.Н., Симонов Б.М.,* Методика оценки параметров чувствительных элементов микроакселерометров и микрозеркал. // Известия вузов. Электроника. 2007. №5. С. 23--29.
3. *Тимошенков С., Бойко А., Симонов Б.,* Чувствительные элементы МЭМС: технология определяет параметры. // Электроника: Наука. Технология. Бизнес. 2008. № 1. С. 80—82.
4. *А. Бойко, А.Заводян, Б. Симонов.* Микромеханические акселерометры: моделирование элементов конструкции и изготовление.// Электроника. Наука. Технология. Бизнес.2009. № 8. С.100—103.

Structure and electrical properties of films based on topological insulator Bi_2Se_3

E.I. Patrakov[1], Y.A. Perevozchikova[1], S.A. Chepurin[2], Y. Tung[3], J.C.A. Huang[3], V.V. Marchenkov[1,2]

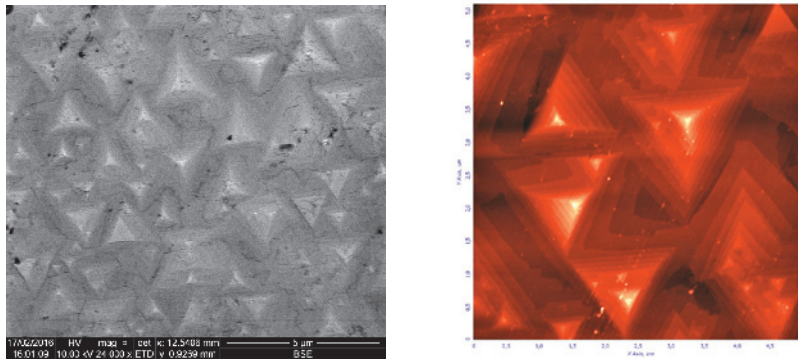
1 M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of RAS, S. Kovalevskoy Str. 18, Ekaterinburg 620137, Russia
2 Ural Federal University, Mira Str. 17, Ekaterinburg 620002, Russia
3 Department of Physics, National Cheng Kung University, Tainan 70101, Taiwan

Topological insulators belong to a new class of materials, whose existence was first predicted theoretically and then experimentally established (see, e.g., Refs [1-3]). Topological insulators are characterized by the presence of energy gap in the bulk and metallic conductivity of the surface. Study of their structure and electrical properties in volume and on surface are of great interest.

Bismuth selenide Bi_2Se_3 has a rhombic symmetry with space group of $R\bar{3}m$. The unit cell contains three formula units. Bismuth selenide has a layered structure formed by five strongly bound repeated atomic layers: Se-Bi-Se-Bi-Se. The layers are oriented perpendicular to the c axis.

In this paper, the films of Bi_2Se_3, obtained by pulsed laser evaporation of massive target on a sapphire substrate, were chosen as object of study. The films thicknesses are from 10 to 75 nm.

The chemical compositions of films were determined by EPMA (Inspect F, EDAX). Surface study was performed using scanning and atomic force microscopy (Solver Next, NT-MDT).



a b

Fig. 1. The structure of the film surface of Bi_2Se_3 (75 nm) (a - SEM, b - AFM)

The data obtained show that the film growth occurs in layers (fig. 1). The height of the crystallites is of 10-15 nm, the height of the individual layers is about 0.9-1.0 nm. Methods of electric force microscopy showed that the electrical conductivity of the surface is uniform and is not connected with the topography of the surface.

The obtained results are discussed in frameworks of existing concepts for the topological insulators.

The research was carried out within the state assignment of FASO of Russia ("Spin", No 01201463330), supported in part by RFBR (project No 14-02-92012).

1. *Hasan M.Z., Kane C.L.* Rev. Mod. Phys., (2010), **82**, 3045.
2. *Moore J.E.* Nature, (2010), **464**, 194.
3. *Qi X.L., Zhang S.C.* Physics Today, (2010), **63**, 33.

Исследование деградации наночастиц в комплексной плазме методом РЭМ

В.А.Полищук[1], В.Ю,Карасев[2], Е.С.Дзлиева[2], А.П.Горбенко[2], И.П.Миронова[2]

[1]Санкт–Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, Россия, 197101, Санкт–Петербург, Кронверкский пр., 49
[2]Санкт–Петербургский государственный университет, Россия, 198504, Санкт–Петербург, Петродворец, Ульяновская.1.

Методом сканирующей электронной микроскопии исследована модификация левитирующих сферических частиц меламинформальдегида в комплексной плазме.

После нахождения в плазме у частиц меламинформальдегида изменяется структура поверхностей, и наблюдается уменьшение диаметра. При этом частицы сохраняют сферическую форму, и изменение поверхности происходит по всей площади сферы равномерно.

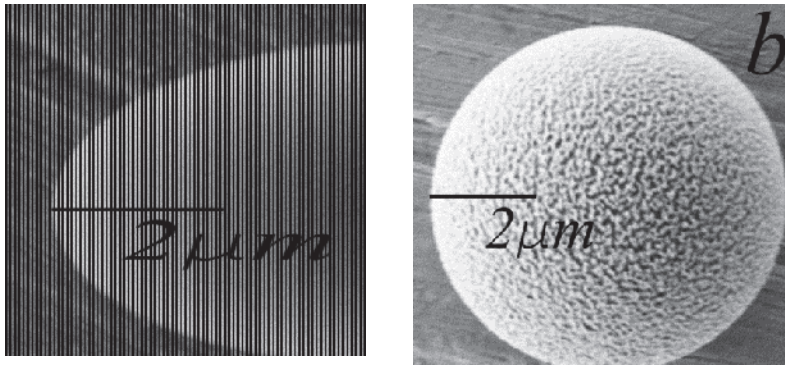


Рис.1. Морфология поверхности частиц меламинформальдегида: *a)*- до плазменной обработки, *b)*- после 20 минутного пребывания в плазме.

При этом частицы сохраняют сферическую форму, и изменение поверхности происходит по всей площади сферы равномерно. Было показано, что при изменении поверхности частиц происходит появление новых и развитие имеющихся неоднородностей.

На Рис.2 показана зависимость среднего диаметра частиц от времени экспозиции в плазме.

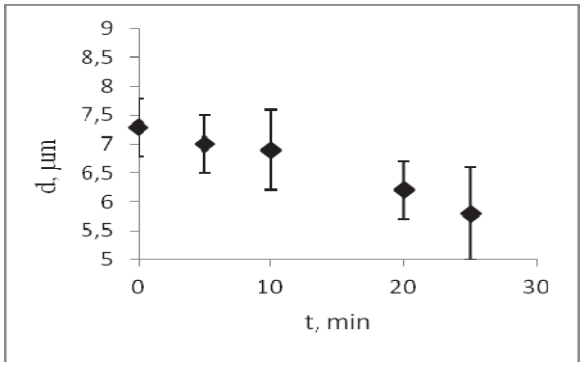


Рис.2. Зависимость диаметра частиц от времени экспозиции в плазме.

Предложены механизмы модификации пылевых частиц в плазме и численные оценки таких механизмов: 1) нагревание пылевых частиц плазменными частицами, попадающими на поверхность в процессе поддержания стационарного заряда. Установлено, что доминирующим является канал переноса энергии ионами. Частота попадания иона на поверхность отдельной частицы порядка 10^{10}. Тогда переносимая ионами энергия соответствует $2*10^{-5}$ Дж. 2) т.к. температура плавления меламинформальдегида превышает температуру разряда всего на 50 градусов, то тепло, необходимое для нагрева всего объема частицы $2,4*10^{-8}$ Дж. 3) для расплавления всей частицы требуется тепло ~ $8*10^{-8}$ Дж

Представленные оценки согласуются с экспериментом на Рис. 2. На нагрев и плавление частицы идет малая часть – примерно 0,005 получаемой энергии, ее расплавление («размягчение») происходит через 10 минут после нахождения в плазме.

При уменьшении размера частицы меняется площадь поверхности, масса и поток плазменных частиц. Частицы при этом смещаются в область меньшего удерживающего электрического поля, но остаются в ловушке в страте. Важно отметить, что уменьшение размера частицы от 7 мкм до 5.6 мкм (за время от 15 до 25 минуты на рис.2) происходит с постоянной скоростью.

Эксперимент с комплексной плазмой, анализ изображений и интерпретация проведен при поддержке РНФ (грант №14-1200094). Исследование поверхности с помощью РСЭМ выполнено при поддержке госзадания №2014/190 Минобрнауки РФ.

Оценка однородности СВС композиции Ti+Al с использованием спектральных методов анализа с микронной областью возбуждения

А.Ю. Постников, В.В. Мокрушин, А.А. Потехин, И.А. Царева, О.Ю. Юнчина, М.В. Царев, Д.В. Чулков, П.Г. Бережко

ФГУП «Российский Федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (РФЯЦ-ВНИИЭФ), 607188, Нижегородская обл., г. Саров, пр-т Мира 37, mcr@dep19.vniief.ru

Одним из важнейших факторов, оказывающих влияние на характер протекания процессов СВС, а также на структуру и свойства продуктов синтеза, является однородность исходной шихты (см., например, [1]). В настоящей работе предложены подходы к оценке однородности порошковых композиций для СВС с помощью методов лазерно-искровой эмиссионной спектроскопии (ЛИЭС) и рентгеновского спектрального микроанализа (РСМ анализа), позволяющих получать и анализировать спектры с высоким уровнем локализации.

Использование метода ЛИЭС с лазерным источником возбуждения эмиссионных спектров позволяет оценивать однородность элементного состава композиции для СВС без определения концентраций отдельных компонентов шихты. Для этого вводится параметр $\bar{X}$, представляющий собой отношение среднеарифметических значений интенсивностей спектральных линий $\bar{I}_{эл}$ какого-либо одного выбранного химического элемента из числа входящих в состав компонентов шихты, к интенсивности спектральных линий элемента сравнения $\bar{I}_{ср}$. Элементом сравнения, как правило, является элемент, массовая доля которого в рассматриваемой СВС композиции наибольшая, в данном случае Ti. При таком подходе однородность шихты можно оценивать по значению относительного среднеквадратичного отклонения V относительных интенсивностей спектральных линий выбранного элемента, в частности Al.

Предлагаемый подход к определению однородности СВС композиций с применением РСМ и ЛИЭС анализа заключается в анализе зависимости содержания какого-либо компонента в шихте Ti+Al в зависимости от масштаба области возбуждения спектра. Такой анализ позволяет установить масштабные факторы однородности через численные значения определяемого из теории фракталов понятия «радиус корреляции» [2]. Данный фактор характеризует поведение свойств гетерогенных систем при изменении масштаба рассмотрения (размера выборки или области возбуждения спектра) и соответствует переходу от однородного поведения к фрактальному. На масштабах бóльших ξ_1 гетерогенные системы ведут себя как однород-

ные, в том смысле, что их свойства не зависят от размера выборки, тогда как на масштабах меньших ξ_2 свойства системы сильно зависят не только от размера выборки, но и от ее координат. Между ξ_2 и ξ_1, как правило, лежит область микронеоднородного поведения, характеризующаяся слабой зависимостью от масштаба (см. рис.1). Данный методический подход реализован для анализа однородности СВС композиции Ti+Al и ее влияния на свойства продуктов горения. При этом различие в однородности смесей с разным временем перемешивания проявляется только на масштабах меньших 500 мкм, т.е. в области микронеоднородного поведения.

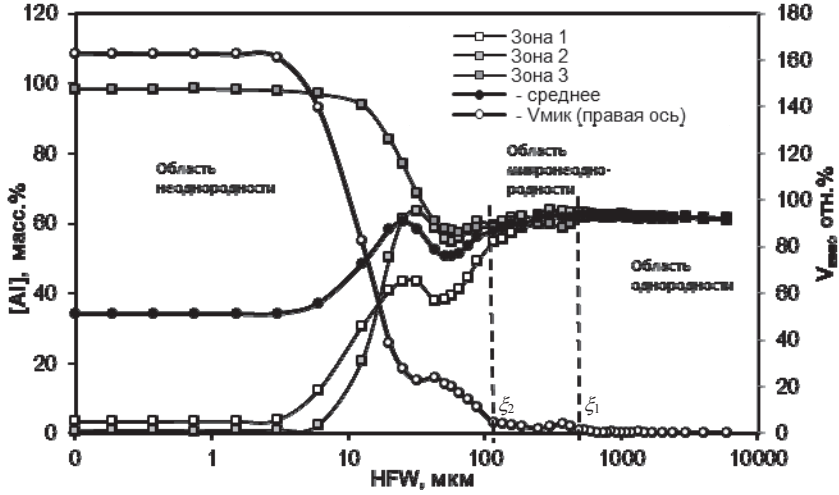


Рис. 1. Зависимость содержания компонента шихты от размера области возбуждения рентгеновского энергодисперсионного спектра

Сочетание указанных подходов к оценке однородности позволяет совместить преимущества ЛИЭС, как метода, характеризующего объемную однородность, с преимуществами метода РСМ анализа, позволяющего с высокой степенью дискретизации и локализации оценивать однородность поверхностных и приповерхностных слоев шихты и выделить масштабные факторы однородности.

1. *А.Г. Мержанов.* Концепция развития СВС как области научно-технического прогресса. Черноголовка: Территория, 2003.
2. *И.М. Соколов.* Успехи физических наук. Т.150, вып.2, 1986, с.233-237.

Исследование структур на основе одиночных наностержней оксида цинка для создания УФ детекторов

М.В. Рыжова, М.А. Князев, А.Н. Редькин, Е.Б. Якимов, Е.Е. Якимов

ИПТМ РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл., Академика Осипьяна ул., 6, +7(49652)44274

Ультрафиолетовые (УФ) фотодетекторы находят широкое применение для различных приложений, как коммерческих, так и военных, например связь между космическими аппаратами, регистрация уровня загрязнения и др. Для подобных устройств необходимы чувствительные элементы с высоким отношением сигнал-шум, а также высокое быстродействие.

Перспективным материалом для создания УФ детекторов является оксид цинка. ZnO – широкозонный полупроводник (E_g = 3.37 эВ), имеет высокую радиационную стойкость и химическую стабильность, низкую стоимость. В настоящей работе изучена возможность формирования методами электронной литографии устройств для детектирования УФ излучения, рабочими элементами которых служат одиночные наностержни оксида цинка.

Массивы наностержней оксида цинка выращивались методом газофазного синтеза из элементов на подложках окисленного кремния [1]. В данной работе структуры на основе одиночных наностержней оксида цинка формировались следующим образом. Первоначально на подложке из окисленного кремния методом «lift off» были изготовлены индиевые контакты прямоугольной формы с зазором 2 мкм (Рис. 1а).

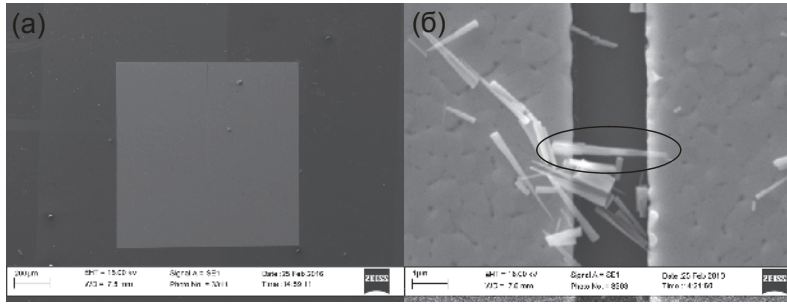


Рис.1. – (а) индиевые контакты, (б) одиночные наностержни оксида цинка между In контактами.

Для перенесения на них наностержней оксида цинка образец с массивом наностержней ZnO обрабатывали в изопропиловом спирте в ультразвуковой (УЗ) ванне. В результате воздействия ультразвука наностержни

отделялись от подложки, образуя суспензию. Каплю полученной суспензии наносили на подложку с контактами и высушивали. Приготовленные таким образом образцы исследовали методом растровой электронной микроскопии для определения контактных пар, между которыми находились одиночные наностержни оксида цинка (Рис.1б).

Была также изучена возможность формирования подобных структур путем первоначального нанесения наностержней на подложку с последующим формированием контактов.

Согласно литературным данным, индий образует омические контакты с оксидом цинка [2]. Кроме того, благодаря исключительной мягкости и пластичности, индий идеально подходит для прижимных контактов. На изготовленных структурах была исследована электропроводность наностержней в темноте и при освещении УФ и видимым светом и проведено сравнение полученных характеристик с данными для массивов наностержней на подложке. На основании полученных результатов были сделаны выводы о механизмах фотопроводимости наностержней оксида цинка и возможности использования полученных структур в качестве сенсоров УФ излучения.

1. *А.Н. Редькин, М.В. Рыжова, Е.Е. Якимов, А.Н. Грузинцев*, "Упорядоченные массивы наностержней оксида цинка на кремниевых подложках", Физика и Техника Полупроводников, V47, N2, с.216, 2013г

2. *N.K. Reddy, Q. Ahsanulhaq, J.-H. Kim, M. Devika, Y.-B*. Hahn Selection of non-alloyed Ohmic contacts for ZnO nanostructure based devices // Nanotechnology, 18 (2007) 445710.

Механизм износа материалов на основе ПТФЭ

Н.В. Садовская, Р.С. Хатипов, А.Ю. Обвинцев, С.А. Хатипов

Филиал АО «Ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательского физико-химического института им. Л. Я.Карпова»
105064 г. Москва, пер. Обуха д.3, Россия

ПТФЭ широко применяется в различных отраслях промышленности, благодаря своим исключительным химическим, термическим и антифрикционным свойствам. Недостатки ПТФЭ определяются его чрезвычайно низкой износостойкостью при трении. Считается, что высокий износ ПТФЭ связан с деламинационным механизмом износа, сопровождающимся развитием трещинообразования в приповерхностных слоях, что способствует откалыванию от образца довольно больших фрагментов поверхности. Традиционный способ снижения износа ПТФЭ основан на создании на его основе композитов с наполнителями различной природы и морфологии, что позволяет снизить износ на 2-3 порядка по сравнению с исходным, не наполненным ПТФЭ. В литературе обычно полагают [1], что введение частиц наполнителя блокирует рост трещин и тем самым снижает износ. Однако количественных подтверждений такой интерпретации не обнаружено. Дальнейшее снижение износа, как минимум на 1-2 порядка, достигается при использовании метода радиационного модифицирования гамма квантами при температуре выше точки плавления ПТФЭ [2, 3]. Такое рекордное повышение износостойкости связывают с радикальными изменениями в надмолекулярной структуре полимера: как в не наполненном ПТФЭ, так и его композитах, наблюдается переход от пластинчатой (ламелярной) упаковки фибрилл к центрально-симметричной (сферолитоподобной) В композитах происходит резкое улучшение смачивания частиц наполнителя полимером, гомогенизация образовавшейся новой микроструктуры, в которой частицы наполнителя, выступают центрами структурообразования. Характер механизма износа в случае радиационно модифицированных материалов ПТФЭ (РМ ПТФЭ) детально не исследован. Известно, что основными факторами, характеризующими механизм трения и изнашивания полимерных материалов являются элементы трибоконтакта: структура поверхностных слоев контактирующих тел, формирующаяся в процессе трения, размер и природа продуктов износа, динамика их выброса из зоны трения.

В настоящей работе методами ВРЭМ и РСМА проведены исследования элементов трибоконтакта материалов на основе ПТФЭ исходных и радиационно-модифицированных с целью получения количественного подтверждения блокирования деламинационного характера износа исходных мате-

риалов ПТФЭ и установления характера износа радиационно модифицированных.

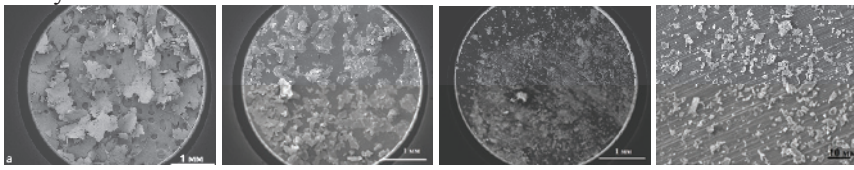
Объекты. ПТФЭ и термостойкие композиты на его основе с наполнителями различной природы и морфологии, исходные и радиационно-модифицированные. Элементы трибоконтакта композитов ПТФЭ исходных и радиационно модифицированных, полученные в режиме сильного изнашивания (трибосопряжение палец-диск, давление в зоне трибоконтакта 5 Мпа, скорость скольжения 1 м/с).

Приборы. Трибометр UMT-3 фирмы CETR (США). Растровый электронный микроскоп высокого разрешения JSM-7500F фирмы JEOL (Япония) в комплекте с энергодисперсионной рентгеновской приставкой INCA PENTA FETx3 фирмы OXFORD (Великобритания).

Результаты:

Определена корреляция линейных размеров продуктов износа полимерной матрицы исходных композитов ПТФЭ с трибологическими характеристиками: снижение значений линейного износа (L) композитов сопровождается уменьшением размеров продуктов износа (рис. 1)

Установлено**,** что радиационного модифицирование гамма квантами при температуре выше точки плавления ПТФЭ способствует полному блокированию механизма деламинационного износа, свойственного исходному ПТФЭ и его необлученным композитам, и переходу к абразивному механизму износа.



а **б** **в** **г**

Рис. 1.ВРЭМ изображения продуктов износа композитов ПТФЭ: а – ПТФЭ (L=4100 мкм/км), б – Ф4БР(40)40САВ5 (L=1066 мкм/км), в –Ф4Бр40Г10 (L=11.8 мкм/км), г– РМФ4Бр40Г10 (L=0.8 мкм/км)

1. *Blanchet T, Kennedy F.* Wear. 1992,158, 1-2, 61-69

2. *Садовская Н.В., Селиверстов Д. И., Хатипов С.А.*Тезисы . . докладов VI конференции «Актуальные проблемы химии высоких энергий» Москва 2015. 299-304.

3. *Садовская Н.В., Обвинцев А.Ю.*, *Хатипов Р.С., Селиверстов Д. И., Хатипов С.А.* Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2016. Принята в печать.

Исследование структуры слоя низкотемпературного арсенида галлия методами просвечивающей электронной микроскопии

В.А. Сазонов[1], Н.И. Боргардт[1], М.В. Ловыгин[1], И.П. Казаков[2]

1 Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1, Россия
2 Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 ГСП-1 Москва, Ленинский проспект, д.53, Россия

Интегрирование оптических устройств обработки информации с кремниевой электроникой является одной из наиболее сложных проблем в области развития информационных технологий. Одним из предполагаемых способов решения этой проблемы является использование материала – LT-GaAs (LT – low temperature, низкотемпературный), который применяется для создания сверхбыстрых переключающих устройств, буферных слоев полевых транзисторов и т.д. Характерными особенностями роста слоев LT-GaAs являются использование низких температур роста, порядка 180-250°C, и высоких значений отношения давлений в молекулярных пучках As к Ga $P_{As}/P_{Ga}\approx5–20$**.** В результате этого в слой вводится избыточный мышьяк, приводящий к увеличению параметра решетки.

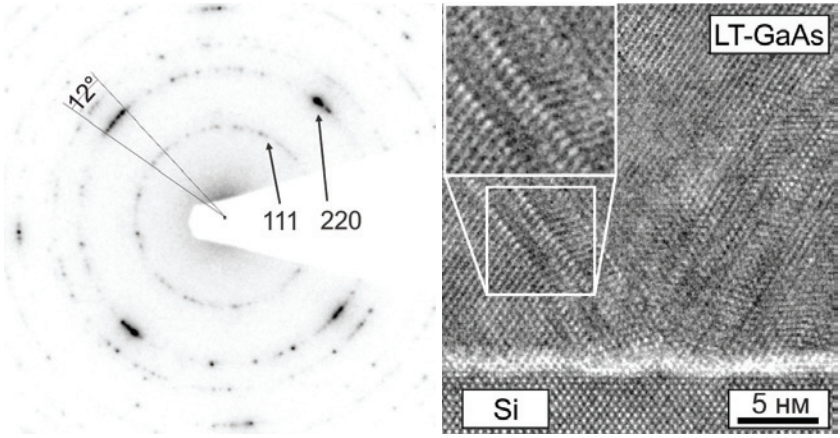
В настоящей работе представлены результаты электронно-микроскопических исследований эпитаксиального слоя LT-GaAs толщиной 250 нм, выращенного на подложке Si(001) при 270°C с последующим отжигом в течение 10 минут при 600°C. Структурные исследования проводились методом просвечивающей электронной микроскопии на приборах Philips CM-30 и FEI Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Электронограмма от слоя LT-GaAs в оси зоны [001], полученная от образца планарного сечения, представлена на рис. 1а. Она содержит серию концентрических колец с дугами, образованными близкорасположенными рефлексами, с угловым разворотом 12°. Это значит, что слой имеет текстурированную структуру с присутствием в нем поликристаллической фазы.

Анализ электронограммы в оси зоны [110] образца поперечного сечения, полученной от подложки Si и слоя LT-GaAs показывает, что отношение длин дифракционных векторов одного типа соответствующих подложке и слою, примерно равняется 1,04, что характерно для GaAs и Si. Таким образом, отжиг структуры, по-видимому, привел к уменьшению параметра решетки слоя LT-GaAs до значения параметра решетки GaAs.

Исследование образца поперечного сечения показало, что за текстурированную структуру отвечают находящиеся в слое зерна, поперечные размеры которых лежат в пределах 45-90 нм.

На рис. 1б представлено высокоразрешающее электронно-микроскопическое изображение приграничной области слоя LT-GaAs и подложки Si. Его анализ показал, что на границе раздела подложка-слой формируются множественные двойники с плоскостями двойникования {111}. Формирование двойников связано с условиями роста, в частности, с влиянием температуры роста, отношения P_{As}/P_{Ga}, длительности и температуры отжига.



а) *б)*

Рис. 1. а) Электронограмма от слоя LT-GaAs в оси зоны [001], б) высокоразрешающее изображение зерна слоя LT-GaAs, содержащего двойники.

На основе фурье-спектров полученных высокоразрешающих изображений были вычислены межплоскостные расстояния вдоль и перпендикулярно границе раздела в направлении роста слоя в областях зерен, находящихся на разных расстояниях от границы раздела. Было установлено наличие в слое LT-GaAs недеформированных и деформированных зерен. Различие между данными зернами состоит в том, что в деформированных зернах значения межплоскостных расстояний выше примерно на 3%, чем в GaAs, а в недеформированных – равны значениям межплоскостных расстояний GaAs. Одним из факторов, приводящих к деформациями зерен может быть диффузия As к дефектам и границам зерен.

Таким образом, проведенные исследования установили текстурированную структуру слоя с присутствием поликристаллической фазы и наличие в слое двойников. Вычисленные межплоскостные расстояния свидетельствуют о наличии в слое деформированных и недеформированных зерен.

Анализ трехмерной модели диффузии неосновных носителей заряда, генерированных электронным пучком в полупроводниковом материале с использованием проекционного метода МНК и Галеркина

Е.В. Серегина[1], М.А. Степович[2], А.М. Макаренков[1], М.Н. Филиппов[3]

1 Калужский филиал ФГБОУ ВПО Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана, ул. Баженова, д.4, г. Калуга, Россия
2 ФГБОУ ВПО Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д.26, г. Калуга, Россия
3 ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН», г. Москва, Россия

В основе трехмерной модели диффузии неосновных носителей заряда (ННЗ), генерированных в полупроводниковом материале 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. Для нахождения аналитического решения сначала решается уравнение диффузии для каждого из точечных источников ННЗ, после чего посредством интегрирования по объему, занимаемому источниками ННЗ, находится пространственное распределение ННЗ в полупроводнике в результате их диффузии. Идея такого подхода заимствована из классической работы [1] и использовалась нами в задачах 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 [4].

В настоящей работе приведены результаты анализа трехмерной модели диффузии ННЗ с использованием проекционного метода наименьших квадратов (МНК) и метода Галеркина. Исходная задача решается в цилиндрической системе координат, и искомое распределение находится в виде частичной суммы двойного ряда Фурье по системе модифицированных функций Лагерра. В работах [5, 6] было проведено обоснование и рассмотрен вопрос вычислительной устойчивости предложенной модифицированной проекционной схемы метода наименьших квадратов и Галеркина [7] для моделирования одномерного распределения ННЗ в полупроводниковых материалах. В настоящей работе дана оценка и получено условие вычислительной устойчивости проекционной схемы метода наименьших квадратов и Галеркина для расчета пространственного распределения ННЗ, генериро-

ванных электронным зондом в полупроводниковых материалах. Проведен сравнительный анализ применения этих двух проекционных методов.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ (базовая часть государственного задания, задание № 340/2015, проект № 1416), РФФИ (проект № 16-03-00515), РФФИ и правительства Калужской области (проекты № 14-42-03062 и № 16-41-400775).

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. Снопова, А. Г. Хохлов.* Прикладная физика, 2004, 3, 61-65.

5. *Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, 11, 65 -69.

6. *Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков.* Успехи прикладной физики, 2013, 1, 3, С. 354-358.

7. *Е.В. Серегина, М.А. Степович, А.М. Макаренков. М.Н. Филиппов.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2016, 4, С. 88-93.

Компьютерный анализ топологии поверхности кремния, имплантированного ионами цинка и окисленного при повышенных температурах

В.Н. Соколов[1], О.В. Разгулина[1], В.В. Привезенцев[2], С.В. Ксенич[3]

[1] Геологический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова, 119998, Москва, Россия
[2] Физико-технологический институт РАН,117218 Москва, Нахимовский просп. 34, Россия
[3] НИУ МИСиС, 119049 Москва, Ленинский просп. 4, Россия

Создание металлических наночастиц (НЧ) в полупроводниковых или окисных диэлектрических подложках является одной из важных задач современной нанотехнологии, быстродействующей опто- и наноэлектроники [1]. В последнее время металлические и металлоокисные НЧ были сформированы в кремнии, кварце, сапфире и др. подложках методом ионного легирования [2 - 4]. Целью настоящей работы является компьютерный анализ параметров топологии поверхности Si, легированных ионами $^{64}Zn^{+}$ в условиях горячей имплантации.

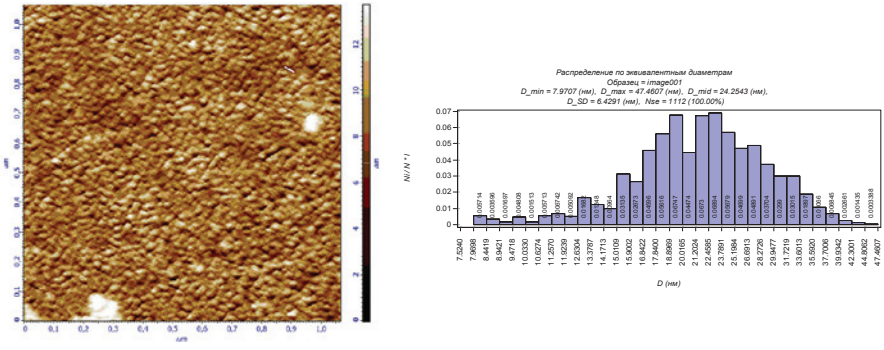
Исследовались подложки n-Si(100) толщиной 380нм с концентрацией электронов $n_o = 5\times10^{15}$см$^{-3}$. Затем ионы $^{64}Zn^{+}$ с энергией 50 кэВ и дозой $D = 5\times10^{15}$см$^{-2}$ имплантировались в кремний при температуре подложки 350^{o} С. Далее был проведен изохронный отжиг в течение 1 часа в кислороде при температурах от 400 до 900^{o} С.

Исследования топологии поверхности образцов были проведены в условиях окружающей среды в полуконтактной моде в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего туннельного микроскопа ИНТЕГРА (NT-MDT). Статистическая обработка АСМ изображений была сделана с помощью программы «STIMAN» [5].

Исследования показали, что в образцах после имплантации на глубине 40 нм формируются НЧ цинка со средним размером около 25 нм. При этом поверхность Si структурируется в форме системы колоколообразных бугорков или наночастиц (НЧ) [6]. Однако встречаются и дефекты в виде бугров и открытых пор.

Кислород при термическом отжиге диффундирует из окружающей атмосферы в матрицу Si и окисляет НЧ Zn. Поскольку Zn обладает аномально большим коэффициентом диффузии при высоких температурах, НЧ Zn перемещаются к поверхности образца. При этом в процессе отжига отдельные НЧ Zn, которые переместились к поверхности образца, могут вылететь из него, образуя поверхностные поры. Поэтому после термического отжига в кислороде при 700^{o}С структура поверхности несколько изменяется.

На Рис.1 представлены 2D АСМ-изображение для образца после имплантации цинком (а) и график распределения наночастиц по эквивалентным диаметрам (б).



а *б*

Рис. 1. 2D АСМ изображение системы НЧ на поверхности (а) и график распределения наночастиц по эквивалентным диаметрам (б).

Статистическая обработка АСМ-изображения выполнялась с помощью программы «STIMAN».

Результат статистической обработки АСМ-изображения показал, что средний размер НЧ составляет 24,2 нм, кроме того, образце преобладают НЧ с эквивалентными диаметрами от 21 до 40 нм (80,3 %). НЧ с эквивалентными диаметрами от 15 до 21 нм составляет примерно 15,3 %, более 40 нм – приблизительно 3,1 %, менее 15 нм – составляет приблизительно 1,3 %.

По результатам анализа структуры были построены гистограммы распределения различных морфологических параметров: эквивалентных диаметров, площадей, суммарных площадей, коэффициента формы.

1. *E.M. Wong, P.C. Searson,* Appl. Phys. Lett., 1999, **74,** 2939.
2. *N. Umeda, H. Amekura, N. Kishimoto*, Vacuum, 2009, **83,** 645.
3. *Y.Y. Shen, X.D. Zhang, D.C. Zhang et al.* Mater. Lett., 2011, **65**, 3323.
4. *C.L. Liu, H. Zhao et al*. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, 2014, **326**, 23.
5. *В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина, В.Н. Мельник*. Известия РАН, сер. физ., 2004, **68**, 1332.
6. *V. Privezentsev, V. Kulikauskas et al.* phys. stat. sol. (c), 2015, **205-206**, 502.

Микроскопия в исследовании структурных изменений новых алюминиевых сплавов

О.О. Столярова[1,2], Т.И Муравьева[1], Б.Я. Сачек[1], А.М. Мезрин[1]

[1]Институт проблем механики РАН, 119526, г. Москва, пр. Вернадского, 101, к.1
[2]НИТУ "МИСиС". Россия, 119049, г. Москва, Ленинский просп., 4

В настоящее время в качестве подшипниковых материалов чаще всего используются сплавы на основе дорогостоящей меди. Весьма актуальной является задача создания новых экономнолегированных антифрикционных материалов. Сплавы на основе алюминия гораздо дешевле, при этом в них удачно сочетаются эксплуатационные и технологические свойства [1,2]. Известно, что антифрикционные сплавы должны обладать эффектом самосмазывания, который заключается в выделении мягкой фазовой составляющей на поверхности твердой матрицы [3]. Для формирования такой составляющей антифрикционные сплавы, как правило, легируют легкоплавкими металлами, подбор которых осуществляется на основании фазовых диаграмм многокомпонентных систем.

В данной работе проведены комплексные исследования поверхности новых алюминиевых сплавов системы Al-Si-Cu-Sn-Pb-Bi до и после трибологических испытаний. Микроскопические исследования проводились на СЭМ «Philips 505» (с рентгеновским микроанализатором EDAX) и на СЗМ «SmartSPM». Трибологические испытания проводились на трибометре Т-05 по схеме «колодка-ролик».

Исследования показали, что термообработка меняет структуру сплавов. На Рис.1 и 2 продемонстрировано изменение морфологии поверхности сплавов при термообработке. (слева - до термообработки, справа- после).

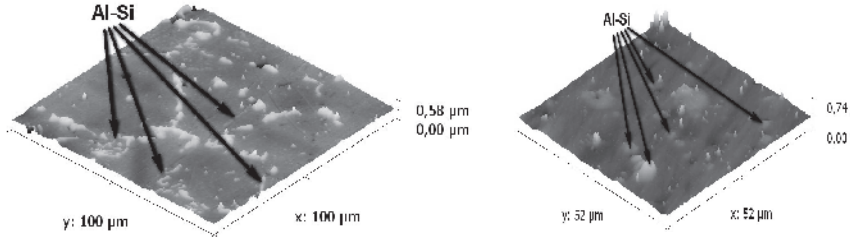


Рис.1. Влияние термообработки на морфологию кремниевой фазы на поверхности алюминиевого сплава системы Al-5%Si-4%Cu-6%Sn-2%Pb.

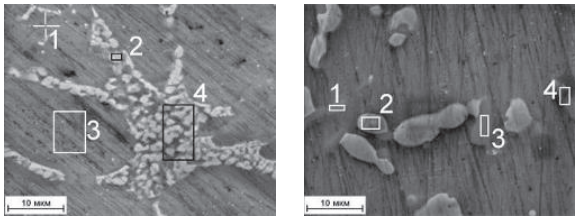


Рис.2. Влияние термообработки на морфологию Θ-фазы на поверхности алюминиевого сплава системы Al-5%Si-4%Cu.

Из рисунков видно, что после термообработки произошла сфероидизация кремниевой фазы и гомогенизация Θ-фазы. Дополнительная информация была получена при сравнении СЭМ и СЗМ изображений. Отметим, что при этом исследовалась одна и та же область - это достигалось за счёт нанесения меток-реперов на поверхность.

Изучены изменения, произошедшие на поверхности после трибологических испытаний. СЭМ изображение поверхности дано на Рис.3.

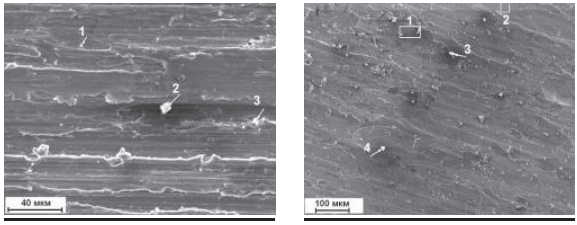


Рис.3. Поверхность контактной пары «колодка - стальной ролик» после испытаний (слева – поверхность колодки, справа – поверхность ролика)

Как показал РСА в процессе трения, на контактной поверхности исследуемого образца (колодки) происходит выделение мягкой фазовой составляющей. При этом на поверхность стального контртела (ролика) переносится материал колодки, образуя плёнку вторичных структур, выполняющих роль твёрдой смазки в критических условиях трения.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ 14-19-01033.

1. *Котова, Е.Г., Курбаткин, И.И., Миронов, А. Е., Гершман, И. С.* Цветные металлы. - 2013. - № 5.- с. 66-72.
2. *Буше, Н. А. и др*.- М.: Транспорт, 1974. - 225 с.
3. *Bushe N.A.,Goryacheva I.G., Makhovskaya Yu.Yu*. Wear. (2003). V. 254. Issue: 12. 1276-1280

Получение, структура и разрушение волокнистых (Al_2O_3 – $Y_3Al_5O_{12}$)/NiAl и (Al_2O_3 – $Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2)/NiAl композитов

А.Н. Толстун, Н.И. Новохатская, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия

Задача заключалась в исследовании возможностей получения методом горячего прессования жаропрочных композитов с NiAl интерметаллидной матрицей и оксидными волокнами, полученными методом внутренней кристаллизации [1], а также в оценке трещиностойкости композитов.

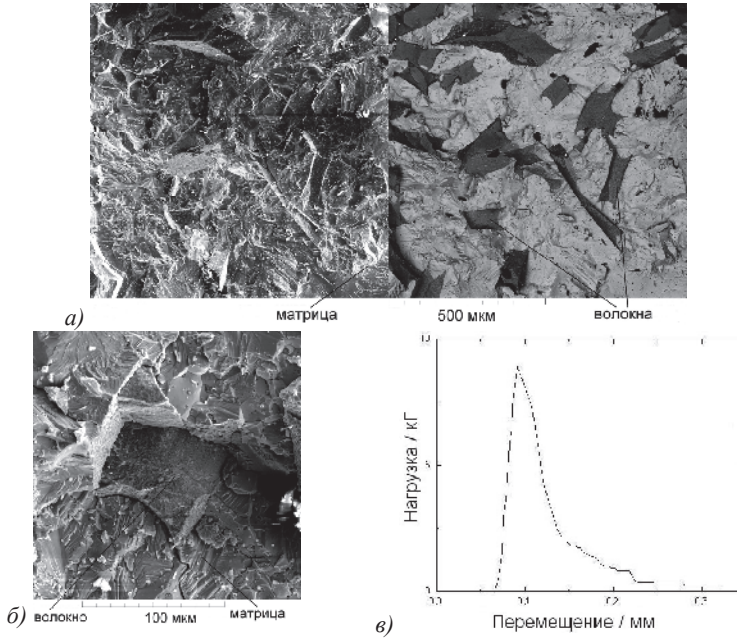


Рис. 1. Поверхность разрушения композитного образца (Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$) / NiAl: а) слева – во вторичных электронах, справа – в отраженных; б) - во вторичных; в) зависимость нагрузка – прогиб образца (перемещение точки приложения силы к образцу) при испытаниях на трехточечный изгиб; g_1 = 310 Дж/м^2.

Образцы изготавливались в графитовой пресс-форме, куда предварительно помещались волокна и материал матрицы в виде порошка NiAl. Горячее прессование выполнялось в вакууме в режиме: температура 1550^{o}C – время 0.5 часа – давление 64 МПа. Образцы в форме стержней прямоуголь-

ного сечения (~ 2.5x2.5x10 мм^3) испытывались при комнатной температуре, некоторые результаты испытаний композитных образцов с волоконами двух эвтектических составов представлены на рисунках. Нелинейный вид зависимостей нагрузка – прогиб образцов (рис. 1в и рис. 2в), а также развитая поверхность разрушения образцов (рис. 1а, б и рис. 2а, б), свидетельствуют о нехрупком характере разрушения композитных образцов, изготовленных из хрупких компонентов.

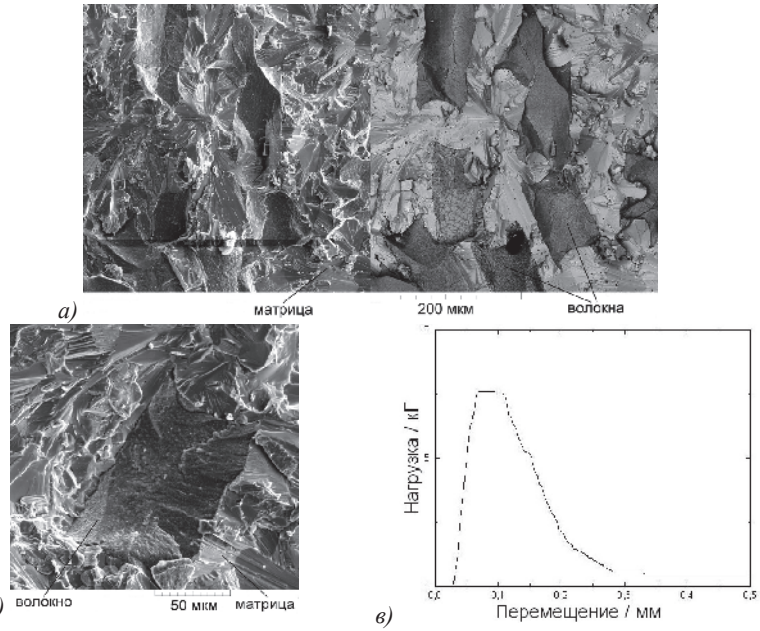


Рис. 2. Поверхность разрушения композитного образца (Al_2O_3-$Y_3Al_5O_{12}$-ZrO_2) / NiAl: а) слева – во вторичных электронах, справа – в отраженных; б) – во вторичных; в) зависимость нагрузка – прогиб образца (перемещение точки приложения силы к образцу) при испытаниях на трехточечный изгиб; g_2 = 750 Дж/м^2.

Эффективная поверхностная энергии представленных композитных материалов g_1 и g_2 была оценена как отношение работ внешних нагрузок по разрушению образцов к их удвоенным поперечным сечениям.

1. *С.Т. Милейко, В.И Казьмин*. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

Исследование гетероструктур InGaAs/InAlAs методами просвечивающей растровой электронной микроскопии

И.Н. Трунькин[1], М.Ю.Пресняков[1], А.Л. Васильев[1,2]

1 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва
2 Институт кристаллографии РАН, г. Москва

В настоящее время на гетероструктурах типа InAlAs/InGaAs/InAlAs сформированы самые быстродействующие транзисторы[1]. Такие значения частотных характеристик достигаются благодаря высоким значениям подвижности электронов μ_e и дрейфовой скорости насыщения.

В представленном докладе обобщаются данные исследований структурные характеристики гетеросистем, выращенных на подложках InP и GaAs разной ориентации, содержащих различные комбинации нановставок разных размеров, при разных давлениях, температурах и изучена корреляция с электрофизическими характеристиками. В работах в основном применялся метод просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы. По изображениям, полученным этим методом можно с атомной точностью оценить размеры слоев, особенностей гетерограниц, в том числе областей перемешивания на интерфейсах, а так же латеральные размеры шероховатостей. Это особенно важно для определения механизмов рассеяния электронов, существенно влияющих на подвижность.

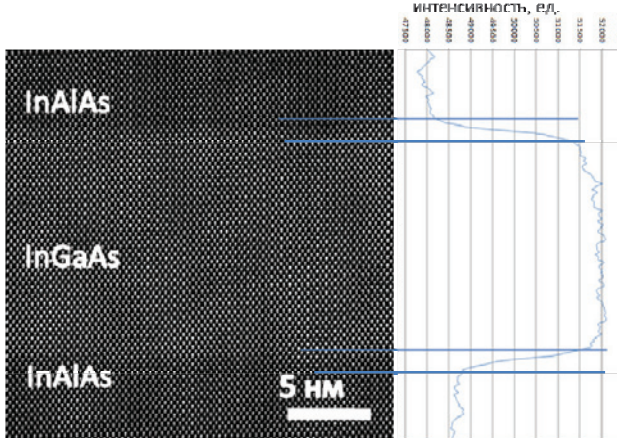


Рис. 1. Темнопольное ПРЭМ-изображения, полученное регистрацией электронов, рассеянных на большие углы образца (001) и линейный профиль интенсивности, усредненный по ширине.

Показано, что разориентация подложки GaAs относительно точной ориентацией (100) приводит к увеличению размытия гетерограниц и уменьшению подвижности электронов [1-2].

В гетероструктурах, выращенных на подложках InP изучено влияние соотношения давлений давлений потоков V/III групп в камере во время роста вставки InAs[3], разных значений температур формирования и размеров вставки InAs [2, 4], различных комбинации двух вставок InAs и барьерных слоев GaAs [5] на структурное совершенство и электрофизические свойства, а так же выявлены структурные причины изменения значения подвижности электронов.

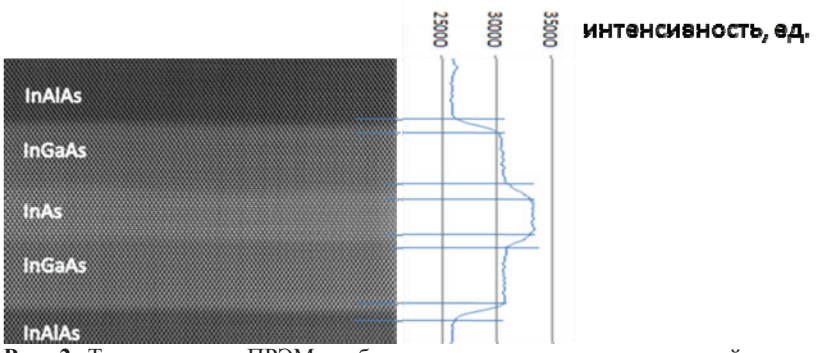


Рис. 2. Темнопольное ПРЭМ-изображения, полученное регистрацией электронов, рассеянных на большие углы образца, выращенного на подложке InP и содержащего нановстаку InAs, и линейный профиль интенсивности, усредненный по ширине.

1. *G.B. Galiev, I.S. Vasilevskii, E.A. Klimov, S.S. Pushkarev, A.N. Klochkov,P.P Maltsev, M.Yu. Presniakov, I.N. Trunkin, A.L. Vasiliev. Journal of Crystal Growth. 2014. 392. 11–19.*

2. Г. Б. Галиев, Е. А. Климов, Р. М. Имамов, Г. В. Ганин, С. С. Пушкарев, П. П. Мальцев, О. М. Жигалина, А. С. Орехов, А. Л. Васильев, М. Ю. Пресняков, И. Н. Трунькин. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016. 5. 1-16.

3. G. B. Galiev, I S Vasil'evskii, E. A. Klimov, S. S. Pushkarev, A. N. Klochkov, P. P. Maltsev, M. Y. Presniakov, I.N. Trunkin, A. L. Vasiliev. J. Mater. Res. 2015

4. Г. Б. Галиев, А. Л. Васильев, Р. М. Имамов, Е. А. Климов, П. П. Мальцев,С. С. Пушкарёв, М. Ю. Пресняков, И. Н. Трунькин. Кристаллография. 2014. 59. 6. 990.

5. *Г. Б. Галиев, А. Л. Васильев, И. С. Васильевский, Р. М. Имамов, Е. А. Климов, А. Н. Клочков, Д. В. Лаврухин, П. П. Мальцев, С. С. Пушкарёв, И. Н. Трунькин. Кристаллография. 2015. 60. 3. 445.*

О корректности математических моделей диффузии неосновных носителей заряда, генерированных электронным зондом в однородном полупроводниковом материале

Д.В. Туртин[1, 2], М.А. Степович[1], А.Н. Поляков[1]

[1] *Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, Калуга, Россия*
[2] *Ивановский филиал Российского экономического университета им. Г.В. Плеханова, Иваново, Россия*

Значительное число физических процессов (в частности, процессы диффузии) описываются математическими моделями с начальными или краевыми задачами для уравнений с частными производными. При математическом описании таких процессов необходимо решить ряд задач, наиболее важными из которых являются следующие: установление существования решения; доказательство единственности решения; обоснование непрерывной зависимости решения от данных задачи (начальных и граничных данных, свободного члена, коэффициентов операторного уравнения). Задачи, удовлетворяющие этим требованиям, называются корректно поставленными.

Ранее были получены одномерные (см. [1]) и двухмерные (см. [2]) математические модели, описывающие диффузию неосновных носителей заряда или экситонов, генерированных электронным пучком в однородном полупроводниковом материале. Исследуемые процессы описывались соответственно граничными задачами для обыкновенного дифференциального уравнения на луче $x \geq 0$ и уравненем в частных производных от двух переменных в положительной полуплоскости.

В развитии подходов, описанных ранее, нами разработана трёхмерная математическая модель диффузии и катодолюминесценции экситонов, генерируемых электронным зондом в монокристаллическом прямозонном полупроводниковом материале [3]. Модель разработана для полупространства и описывается уравнением

$$c_t = D\Delta c - c/\tau \tag{1}$$

при начальном условии

$$c(x, y, z, 0) = n(x, y, z), \tag{2}$$

где $c(x, y, z, t)$ – концентрация экситонов в точке с координатами (x, y, z) в момент времени t, D – коэффициент диффузии экситонов, τ – время их жизни, а функция $n(x, y, z)$ удовлетворяет стационарному дифференциаль-

ному уравнению, описывающему диффузию экситонов в состоянии квазиравновесия:

$$\Delta n - n / \lambda^2 = -\Phi(x, y, z)\,, \qquad (3)$$

где $\lambda = \sqrt{D\tau}$ – диффузионная длина свободных экситонов, а $\Phi(x, y, z)$ – функция источника генерации экситонов, заданная трехмерным распределением Гаусса и граничными условиями

$$D\,\partial n / \partial z\big|_{z=0} = \upsilon_s n\big(x, y, 0\big),\ n(\infty) = 0\,. \qquad (4)$$

Здесь υ_s – скорость поверхностной рекомбинации экситонов.

Для каждой из математической модели (одномерной, двумерной и трехмерной) найдено решение, а в настоящей работе доказана их единственность и установлена непрерывная зависимость от начальных данных задачи, т.е. показано, что эти задачи являются корректно поставленными.

Анализ результатов математического моделирования позволил сформулировать некоторые условия оптимизации время-пролетных катодолюминесцентных измерений, позволяющие получать корректные значения коэффициента диффузии. Установленные классы корректности решения изученных моделей говорят о несущественном влиянии погрешности входных данных на результаты эксперимента.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (базовая часть государственного задания № 340/2015, проект № 1416), Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 15-31-50648), а также РФФИ и правительства Калужской области (проекты № 14-42-03062 и № 16-41-400775).

1. *А.А. Белов, В.И. Петров, М.А. Степович.* // Известия РАН. Серия физическая, 2002, Т. 66, № 9, С.1317-1322.

2. *А.Н. Поляков, M. Noltemeyer, T. Hempel, J. Christen, М.А. Степович.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2011, № 11, С. 35-40.

3. *А.Н. Поляков, М.А. Степович, Д.В. Туртин.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2015, № 12, С. 48-53.

Кластеризация ионно-имплантированных атомов In и As в пленках SiO_2

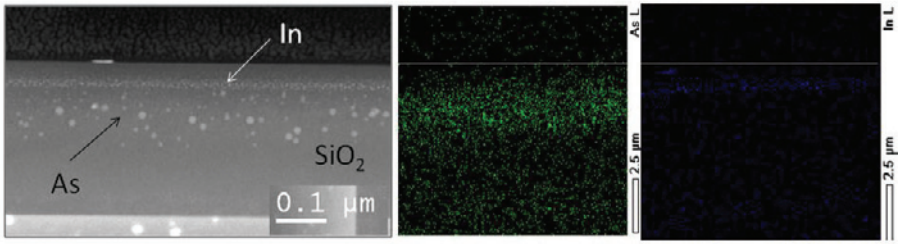
И.Е. Тысченко[1], А.Г. Черков[2], А.Н. Михайлов[3]

1 Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, Россия
2 Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, Россия
3 Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия

Интерес к созданию гетероструктур A_3B_5-Si вызван перспективами создания оптической связи на кремнии. Однако, большинство материалов A_3B_5 имеет большое несоответствие кристаллической решетки с решеткой кремния. Это затрудняет использование известных эпитаксиальных методов создания гетероструктур на основе кремния. Большими возможностями создания различного рода структур обладает метод ионно-лучевого синтеза. Среди всех материалов InAs обладает превосходными транспортными электронными свойствами, с одной стороны, и является прямозонным материалом – с другой. Это делает его особенно привлекательным с точки зрения оптоэлектроники. Особенность ионно-лучевого синтеза соединений A_3B_5, в состав которых входит In, в оксиде кремния заключается в том, что индий легко мигрирует в оксиде кремния. Ранее нами был установлен гетерогенный двухступенчатый механизм формирования фазы InSb в оксиде кремния и на границе раздела Si/SiO_2 [1]. Было показано, что преципитаты Sb являются центрами зарождения фазы inSb. В отличие от Sb, атомы As в SiO_2 обладают достаточно большим коэффициентом диффузии. Поэтому в данной работе мы исследовали закономерности преципитации атомов индия и мышьяка, имплантированных в термически выращенные пленки SiO_2.

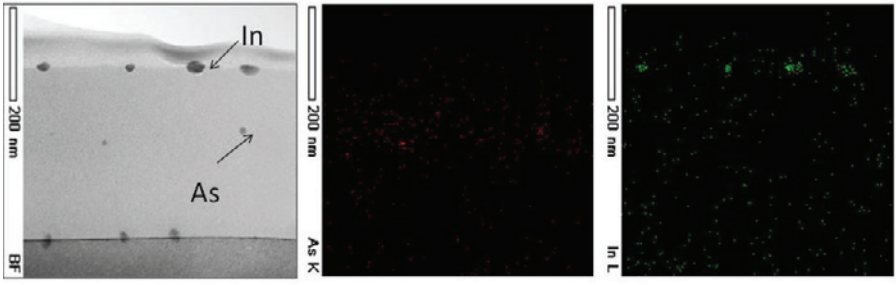
В наших экспериментах пленки SiO_2 толщиной 300 нм, термически выращенные на монокристаллических подложках кремния с ориентацией (100), были имплатированы ионами As^+ с энергией 135 кэВ дозой 10^{16} $см^{-2}$, а затем ионами In^+ с энергией 50 кэВ дозой 4×10^{15} $см^{-2}$. Последующий отжиг проводился в печи в атмосфере азота в течение 30 минут при температурах 800-1100^o С. Сформированные структуры исследовались методами просвечивающей электронной микроскопии на поперечном срезе и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

На рисунке 1 представлено электронно-микроскопическое изображение поперечного среза пленки SiO_2, имплантированной ионами In^+ и As^+, а



a) *b)* *c)*

Рис. 1. (a) Электронно-микроскопическое изображение поперечного среза пленки SiO_2, имплантированной ионами In^+ и As^+, после отжига при температуре 900° С. На рисунках (b) и (c) представлены соответственно карты распределения атомов As и In, полученные методом ЭДС.



a) *b)* *c)*

Рис. 2. (a) Электронно-микроскопическое изображение поперечного среза пленки SiO_2, имплантированной ионами In^+ и As^+, после отжига при температуре 1100° С. На рисунках (b) и (c) представлены соответственно карты распределения атомов As и In, полученные методом ЭДС.

также соответствующие карты распределения атомов As и In, полученные методом ЭДС, после отжига при температуре 900° С. Видно, что As и In в процессе отжига не взаимодействуют друг с другом, а кластеризуются в областях, соответствующих максимумам распределения ионов по пробегам. Увеличение температуры отжига до 1100° С (рисунок 2) сопровождается стоком атомов In на поверхность SiO_2, а As остается в глубине оксида в виде мелких преципитатов, плотность которых с ростом температуры уменьшается на порядок величины. Полученные результаты указывают на то, что механизм образования InAs отличается от механизма зарождения фазы InSb.

1. *И.Е. Тысченко, М. Фельсков, А.Г. Черков, В.П. Попов.* ФТП, 2014, 48, 1228-1233.

Исследование структурных и оптических свойств одиночных ННК до и после нано-модификации.

Е.В. Убыйвовк[1,3], Ю.В. Петров[1], А.С. Бондаренко[1], О.С. Медведев[1], А.Д. Буравлев[2], Г.Э. Цырлин[2,3], Н.В. Сибирев[2,3]

1 Физический факультет, Санкт-Петербургский Государственный университет, 198504 г. Санкт-Петербург, Ульяновская 1, Россия.
2 Санкт-Петербургский Академический университет, 194021 Санкт-Петербург, ул. Хлопина, д.8, корпус 3, лит. А, Россия.
3 Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Кронверкский пр., 49, Санкт-Петербург, 197101

Развитие методов локальной модификации формы нанообъектов без повреждения их кристаллической структуры, может открыть широкие возможности не только для изучения фундаментальных свойств систем с пониженной размерностью, но и для создания принципиально новых приборов. Так, например, полупроводниковые нитевидные нано кристаллы (ННК) с модифицированной формой могут быть использованы для создания источников одиночных фотонов, лазеров, фотонных кристаллах, разнообразных детекторов, таких как фото-, био-, газоанализаторов, датчиков давления внешних магнитных и электрических полей.

Впервые на примере GaAs ННК было продемонстрированно совершено новое направление в использовании сканирующего ионно-гелиевого микроскопа (СИГМ), так называемая нано-модификация. Первые исследования показали, что при определенных параметрах ионного пучка можно вырезать сквозные отверстия диаметром до 10 nm и величина поврежденного (аморфного) слоя может достигать 3 nm. Такие показания на сегодняшний день являются рекордными. Была продемонстрирована принципиально новая возможность, которая позволяет с высокой точностью (10 nm) придавать любую форму ННК, сохраняя его кристаллическую структуру [1].

Основной задачей исследований является разработка и совершенствование методики нано-модификации формы квазиодномерных объектов с использованием фокусированного пучка ионов гелия. А так же определение влияния основных закономерностей нано-модифицированных ННК, взаимосвязи их оптических и структурных свойств.

В настоящей работе мы демонстрирует результаты исследований на одиночных ННК. Исследования проводились в несколько этапов: ННК специальным образом высаживался на ПЭМ сетку, после чего исследовались оптические свойства методом катодолюминесценции в СЭМ, изучалась структура методом ПЭМ, далее этот же ННК модифицировался ион-

ным пучком в СИГМ. После модификации снова исследовались оптические и структурные свойства ННК. Основные результаты исследований и детали экспериментов, будут продемонстрированы на конференции.

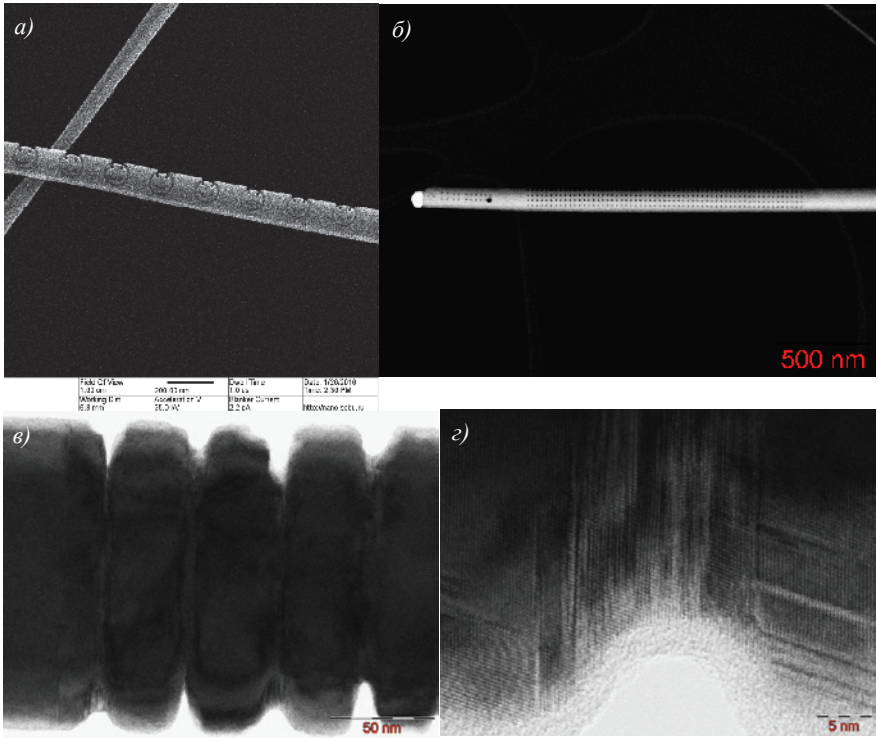


Рис. 1. Изображения модифицированных ННК: а) СИГМ (Zeiss Orion+) б) в) г) РПЭМ (Zeiss Libra 200 FE).

Экспериментальные результаты представленные в данной работ получены с использованием оборудования Междисциплинарный Ресурсный Центр по направлению "Нанотехнологии" Санкт-Петербургского государственного университета. Данная работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России соглашение 14.613.21.0055 от 30 ноября 2015, уникальный идентификатор проекта RFMEFI61316X0055

1. E.V. Ubyivovk, Yu.V. Petrov, O.F. Vyvenko, A.D. Bouravleuv and G.E. Cirlin, Microscopy Conference, MC-2013, Regensburg/Germany, p. 311.

Прецизионная подготовка образцов для атомно-зондовой томографии с помощью фокусированного ионного пучка в РЭМ

В.В. Хорошилов, О.А. Корчуганова, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.А. Алеев, С.В. Рогожкин

ФГБУ "Государственный Научный Центр Российской Федерации - Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия

Атомно-зондовая томография (АЗТ) является современным и динамично развивающимся методом исследования материалов на атомных масштабах, отображающим расположение атомов в объеме материала при одновременном определении их химической природы [1]. В этом аналитическом методе сочетаются принципы полевой автоионной микроскопии и времяпролетной масс-спектрометрии. Образец для исследования представляет собой остро заточенную иглу с диаметром при вершине порядка 100 нм. Движение ионов в электрическом поле между острием образца и детектором происходит по определенным траекториям, что позволяет однозначно связать координаты регистрации частицы и координаты её испарения с поверхности образца. При определенной напряженности этого поля испарение ионов с образца может быть инициировано только дополнительным импульсным воздействием, что позволяет последовательно испарять атомы с поверхности образца. Интервал времени между испаряющим импульсом и регистрацией иона зависит от отношения массы иона к его заряду.

В лаборатории атомно-масштабных исследований конденсированных сред ФГБУ «ГНЦ РФ – ИТЭФ» НИЦ «Курчатовский институт» более 10 лет эксплуатируется АЗТ «ECOTAP» (CAMECA) [2]. Значительная часть проведенных с его помощью исследований была посвящена исследованию наноструктуры материалов ядерных реакторов, как в исходном состоянии, так и после облучения. В 2015 году запущен в режиме тестовой эксплуатации прототип атомного зонда с лазерным испарением «ПАЗЛ-3D» собственной разработки, который позволяет исследовать не только металлы, но и полупроводники, диэлектрики и композитные материалы.

Поскольку образец для АЗТ исследования должен представлять собой остроконечную иглу с радиусом закругления острия 50 нм и конусностью не более 11°, приготовление образцов различных материалов является технически сложной задачей. Так приготовление образцов большинства металлов и их сплавов возможно с помощью электрохимического травления, в то время как приготовление образцов некоторых других металлов, полу-

проводников, диэлектриков и композитных материалов электрохимическим способом затруднено или вовсе невозможно.

В последние годы в мире для приготовления АЗТ образцов широко применяются системы, сочетающие растровый электронный микроскоп (РЭМ) с фокусированным ионным пучком (ФИП), газо-инжекционной системой, реализующей в камере РЭМ метод молекулярно-лучевой эпитаксии, а также микроманипулятор, позволяющий перемещать объекты микрометрового размера в камере РЭМ. Использование таких систем практически не ограничивает спектр препарируемых материалов, делая процесс приготовления наглядным и контролируемым.

В рамках работы изучен мировой опыт применения систем РЭМ-ФИП для приготовления АЗТ образцов [3, 4], разработано и апробировано несколько взаимодополняющих способов препарирования материалов и приготовления образцов, отвечающих современным запросам материаловедения. Приготовленные образцы (рис.1) исследованы с помощью АЗТ, полученные результаты соответствуют поставленным задачам. Техника пробоподготовки непрерывно дополняется и улучшается с учетом результатов, получаемых с помощью АЗТ для каждого типа материалов.

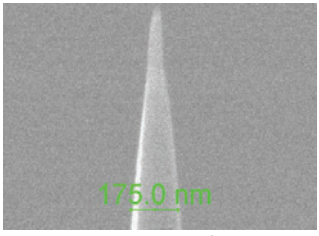


Рис. 1. Микрофотография типичного острия образца для АЗТ приготовленного с помощью ФИП в РЭМ

1. M.K. Miller. London: Kluwer Academic/Plenum 2000.

2. А.Л. Суворов, С.В. Рогожкин, А.Г. Залужный, А.А. Лев, В.Ф. Бобков, С.В. Зайцев, А.В. Карпов, М.А. Козодаев, Б.А. Логинов, О.Н. Макеев. Материаловедение и новые материалы, 2006, 1(66), 3–13.

3. J. Cairney et al. Microscopy and Microanalysis, 2007, 13(S02), 1634–1635.

4. M.K. Miller. Microscopy and Microanalysis, 2005, 11(S02), 808–809.

Фазовые превращения в системахTi/Si и Ni(5at%Pt)/Si при БТО

А.М. Чапланов [1], М.И. Маркевич[1], В.А. Солодуха[2], А.Н. Петлицкий, Я.А. Соловьев[2], О.Э. Сарычев[2] , С.Б. Кущев[3]

1Физико-технический институт НАН Беларуси, 220141, г. Минск, Купревича 10. Беларусь
2 ОАО «ИНТЕГРАЛ»-управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» 220108, г. Минск, ул. Казинца И.П., 121А
3Воронежский государственный технический университет, Московский проспект,14 г. Воронеж, Россия

В настоящей работе методами электронографии, РЭМ и Оже-электронной спектроскопии исследовались фазовые превращения, происходящие в системах системахTi/Si и Ni(5at%Pt)/Si при быстрой термической обработке, осуществляемой фотонными пучками (БТО). Системы Ni(5at%Pt)/Si и Ti/Si широко используется для формирования как выпрямляющих контактов к кремнию при производстве диодов Шоттки, так и омических в БИС и СБИС с субмикронными размерами.

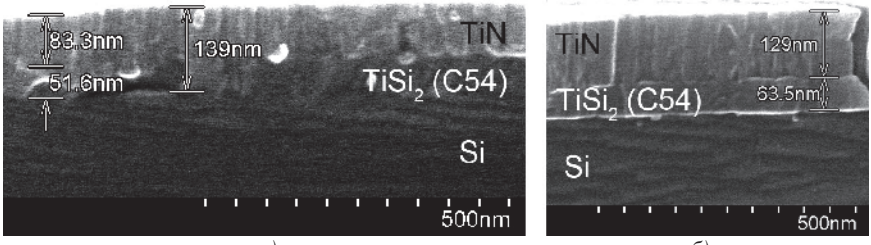
На поверхность кремниевой пластины марки КЭФ-0.5 с ориентацией (111) методом магнетронного распыления наносилась пленка Ni(5at%Pt) толщиной 0,08мкм. Импульсный отжиг проводился в вакууме 10^{-3} Па на установке УОЛП-1 при плотностях энергии 170, 230, 255 и 285Дж/см^2 , что соответствовало 600, 700, 800 и 900^{0}C.

Осажденная на поверхности кремния пленка Ni(5at%Pt) является квазиаморфной со средним размером зерна ~ 3-5нм, о чем свидетельствуют широкие, размытые дифракционные линии на электронограмме, принадлежащие никелю.

БТО кремниевой пластины с планарной стороны при всех выбранных режимах приводит к формированию на поверхности кремния слоя силицида никеля в модификации Ni_2Si. Исследование распределения никеля, кремния и платины по глубине полученного слоя силицида показало, что оно соответствует данным электронографического анализа. Концентрация платины по глубине слоя остается постоянной. При БТО системы Ni(5at%Pt)/Si с непланарной стороны на поверхности пластины кремния формируется слой NiSi.

БТО системы Ti/Si под нанесенном слоем нитрида титана при температуре 800^{0}C приводит к образованию на поверхности кремния слоя дисилицида титана в модификации C54 (рис1.). Образовавшийся слой дисилицида титана является поликристаллическим, зерна имеют столбчатую структуру. При БТО кремниевой пластины с непланарной стороны слой

образовавшегося дисилицида титана имеет большую толщину, чем слой дисилицида титана , полученный при БТО с планарной стороны. Это обусловлено кинетическими особенностями образования и роста слоя дисилицида титан при разных способах БТО.



а) *б)*

Рис. 1. Структура поперечного сечения кремниевой пластины с нанесенным слоем TiN/Ti после БТО при 800^0C , полученная после обработки с а) планарной стороны пластины, б) непланарной стороны пластины.

Микроструктура быстрозатвердевшего сплава $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$

В. Г. Шепелевич, А. В. Кушнеров

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

Сплав системы $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$ (числа указывают состав в масс. %) был исследован в качестве перспективного бессвинцового припоя с низкой температурой плавления, получаемого в виде фольги толщиной в несколько десятков микрон высокоскоростным затвердеванием, относящемся к рессурсо- и энергосберегающим технологиям. Сплав для исследований был изготовлен методом центробежного затвердевания. Скорость охлаждения расплава при получении фольг толщиной около 30 мкм достигала ~$5 \cdot 10^6$ К/с. Исследование микроструктуры образцов проводилось на электронном микроскопе LEO 1455VP. Исследованы две поверхности фольги: поверхность *A* (рис. 1), контактирующая с кристаллизатором, и противоположная поверхность *B*, контактирующая с атмосферой.

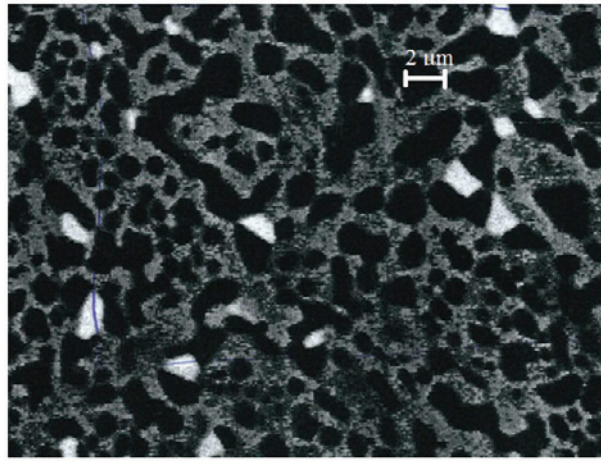


Рис. 1. Структура поверхности *A* быстрозатвердевшего сплава $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$

На снимке отчетливо видно три фазы сплава: белые участки изображения соответствуют висмуту, черные – олову и серые - ε-фазе (InBi). Для сплава характерна макроскопическая однородность распределения фаз в объеме фольги. Значения объемной доли и средних размеров хорд секущих на сечении выделенных фаз представлены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры микроструктуры быстрозатвердевшей фольги сплава $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$

Параметр	Поверхность *A*			Поверхность *B*		
	Sn	Bi-In	Bi	Sn	Bi-In	Bi
V	0,42	0,48	0,04	0,39	0,55	0,02
d, мкм	0,50	0,59	0,48	0,55	0,76	0,34

Полученные результаты объемной доли фаз показывают, что преобладающим элементом в нашей структуре для поверхности *A* и для поверхности *B* является фаза BiIn, она занимает половину всего объема фольги. Сравнив результаты для обеих поверхностей можно сказать, что они совпадают в пределах погрешности.

Анализируя результаты для средних размеров хорд можно заметить, что для поверхности *A* результаты близки по значению и отличаются на 20%. А на поверхности *B* присутствует разбежка в разнице почти в 2 раза. Средние размеры хорд для всех фаз находятся в пределах 0,3-0,8 мкм. Построены гистограммы распределения хорд секущих, расположенные на сечениях выделений фаз. Максимумы распределения хорд приходятся на размерную группу 0,25 … 0.45 мкм для всех фаз на обеих поверхностях фольги.

Основная часть удельной поверхности межфазных границ относится к границе Sn-InBi (таблица 2).

Таблица 2. Удельная поверхность межфазных границ быстрозатвердевшей фольги сплава $Bi_{51}Sn_{26}In_{23}$

Поверхность	$S_{Sn\text{-}InBi}$, мкм$^{-1}$	$S_{Sn\text{-}Bi}$, мкм$^{-1}$	$S_{InBi\text{-}Bi}$, мкм$^{-1}$	S, мкм$^{-1}$
A	2,9	0,19	0,13	3,2
B	2,8	0,08	0,06	3,0

Удельная поверхность межфазных границ висмута с оловом $S_{Sn\text{-}Bi}$, и ε-фазой $S_{InBi\text{-}Bi}$ на порядок меньше удельной поверхности межфазной границы $S_{Sn\text{-}InBi}$. Общая удельная поверхность S межфазных границ слоев у поверхности *A* и у поверхности *B* находятся в пределах погрешности.

.

Микроструктура быстрозатвердевших фольг сплава In-21 ат.% Bi при старении

Л.П. Щербаченко, В.Г. Шепелевич, С.В. Гусакова

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

Проведены исследования микроструктуры быстрозатвердевшего сплава In-21 ат. % Bi от времени старения при комнатной температуре (старении). Фольги сплава были изготовлены путем кристаллизации капли расплава (~0,2 г) на внутренней полированной поверхности вращающегося медного цилиндра. Скорость охлаждения расплава достигает $\approx 10^5$ К/с.

Микроструктура фольг исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) LEO 1455 VP (Carl Zeiss), оснащенного приставкой фазового анализа HKL Channel 5.

Быстрозатвердевшие фольги сплава In-21 ат. % Bi являются двухфазными, что подтверждается появлением дифракционных линий индии и соединения In2Bi на дифрактограмме. Изображение микроструктуры поперечного сечения фольги сплава In-21 ат. % Bi представлено на рис. 1. На фотографии наблюдаются светлые и темные области, которые соответствуют In2Bi и In.

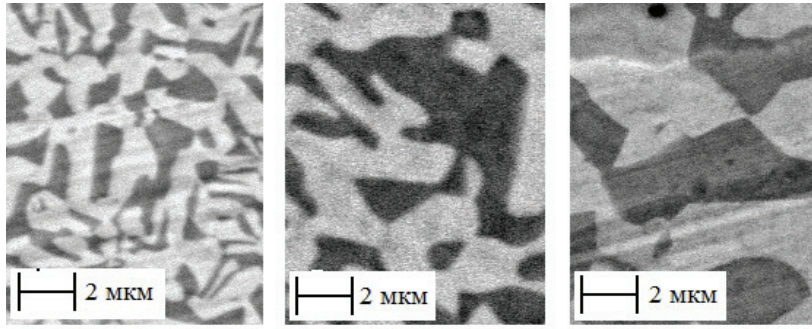


Рис.1. Изображение микроструктуры фольг сплава In-21 ат. % Bi при различном времени выдержки при комнатной температуре: а)1,5, б) 29, в) 122 часа.

В процессе старения сплава In-21 ат. % Bi микроструктура изменяет свои параметры. Распределение хорд случайных секущих, расположенных на сечении индия, по размерным группам приведено на рисунке 2. Макси-

мум распределения хорд случайных секущих для фазы In в фольге, для которой время старения составляет 1,5 ч, приходится на размерную группу 0÷0,4 мкм. Затем при увеличении времени выдержки происходит перераспределение частиц по размерным группам и распределение становится более растянутым. В результате для фольг, для которых время выдержки составляет 29 и 122 ч, максимум распределения приходится на размерные группы 0,4÷0,8 и 0,8÷1,2 мкм, соответственно. Аналогичное распределение хорд случайных секущих и его изменение при старении наблюдается и для In_2Bi.

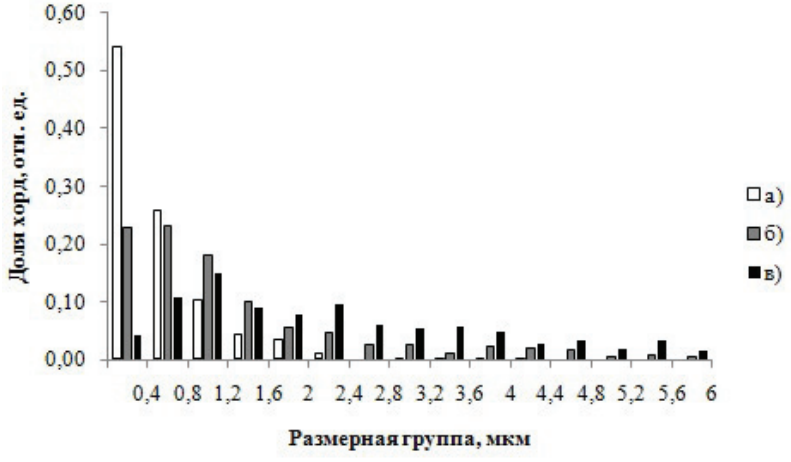


Рис. 2. Распределение хорд случайных секущих на сечениях индия сплава In - 21 ат. % Bi после при комнатной температуре: а) 1,5, б) 29 и в) 122 часа.

Средний размер хорд случайных секущих для фольг, для которых время выдержки составляет 1,5 ч, равен d_{In2Bi} = 1,5 мкм, d_{In} = 0,6 мкм. По истечении времени выдержки 122 ч происходит укрупнение выделений обеих фаз, в результате чего средний размер хорд достигает значения d_{In2Bi} = 3,1 мкм, d_{In} = 1,7 мкм. Удельная поверхность уменьшается в два раза и достигает значения 0,9 мкм$^{-1}$. Изменение микроструктуры обусловлено низкой температурой плавления сплава In-21 ат. % Bi и активным протеканием диффузионных процессов, вызывающих миграцию границ зерен и фаз, и укрупнение структуры.

Исследование структуры и механических характеристик быстрозакаленных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ методами РЭМ и СЗМ

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, г. Апатиты, Академгородок мкр., 26а

Интерес к исследованию керамических смешанных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$, полученых в сверхнеравновесных условиях, в частности при сверхбыстрой закалке, высок, поскольку данные материалы в зависимости от способа формирования могут обладать повышенной термостойкостью и улучшенными механическими характеристиками [1].

В условиях сверхбыстрой закалки методом «молота и наковальни» были получены образцы $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$. Оксиды $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ составов y = 0.068; 0.111; 0.363 в виде таблетки или «горки» порошка размещали в центре фокального пятна концентратора лучистой энергии на поверхности «наковальни», представляющей собой медное охлаждаемое проточной водой блюдечко. Полученный при температурах до 3500 К расплав, подвергали сильному удару «молотом». В результате удара расплав растекался тонким слоем (плёнкой) между двумя холодными поверхностями с высокой степенью теплоотдачи. Скорость охлаждения расплава при этом может достигать значений ~ $10^6 – 10^7$ К/с [2]. Образцы представляют собой очень хрупкие самостоятельные или расположенные на подложках соответствующих керамических оксидов пленки толщиной около 200 мкм.

Для изучения микроструктуры закаленных пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ использовали сканирующий электронный микроскоп SEM LEO 420. Структура закаленных образцов неоднородна: наряду с аморфизированной фазой присутствуют тонкие сильно деформированные структурные образования – кристаллиты толщиной от 200 нм до 2мкм (рис.1). С увеличением содержания Та структура образцов становится менее аморфизированной, а доля игольчатых кристаллитов размером до 200 нм увеличивается.

Упругие и механические свойства образцов изучались контактным методом с помощью зондового микроскопа - нанотвердомера «NANOSKAN». Нанотвердость закаленных образцов изучалась при нагрузках 25-30 мН, так как при меньших нагрузках царапины на образцах не появлялись. Результаты исследования микротвердости (нанотвердости) (H) закаленных $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ методом сравнительной склерометрии и модуля Юнга (E), определяемого по кривым подвода кантилевера представлены в таблице 1.

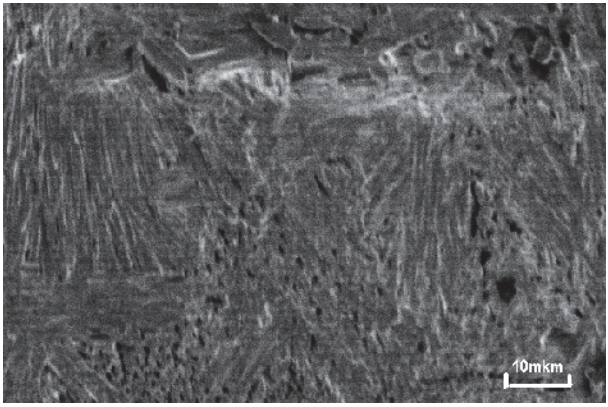


Рис.1. Поверхность закаленного образца $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ (y = 0.068)

Свойства закаленных $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$ (пленок) сравнивались со свойствами изученных ранее керамических образцов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$, полученных по традиционной керамической технологии (ТКТ) и путем светотермической обработки в фокальной зоне оптической печи (КСП) [1].

Таблица 1. Микротвердость и модуль Юнга керамических $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$

Вид керамики $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$		Микротвердость, H, ГПа	Модуль Юнга, E, ГПа
y = 0.068	ТКТ	6,37±0,65	141,3±1,6
	КСП	6,34±0,94	153,4±0,7
	Закалка	29,3±1,86	223,4 ±1,3
y = 0.111	ТКТ	5,45±0,78	124,0±2,8
	КСП	6,78±0,99	141,4±1,5
	Закалка	24,18±2,24	274,2±4,1
y = 0363	ТКТ	5,57±0,5	114,8±1,5
	КСП	5,06±1,04	131,7±5,2
	Закалка	23,7±3,4	279,7±2,9

Следует отметить существенное повышение прочностных характеристик (E) и нанотвердости (H) закаленных образцов пентаоксидов $Nb_{2(1-y)}Ta_{2y}O_5$.

1. *О.Б.Щербина, М. Н. Палатников, В. В. Ефремов* Неорганические материалы, (2012), 48, № 4,506-512.

2. *Traverse J. P.* These de docteur es sciences physiques. 1071.N. d'enregistrement au CNRS: A.O. 5.879.

Исследование цинкосодержащих наночастиц в кремниевой матрице методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии

К.Б. Эйдельман[1], Н.Ю. Табачкова[1], К.Д. Щербачев[1], Ю.Н.Пархоменко[1], В.В. Привезенцев[2]

1 Национально исследовательский технологический университет «МИСиС» Ленинский пр., 4, Москва, 119049
2 Физико-технологический институт Российской академии наук, г. Москва, Россия

Цинксодержащие наночастицы (НЧ) являются хорошо известными широкозонными полупроводниками, которые применяются как многообещающий материал для оптоэлектроники. В данной работе рассмотрены примеры использования методов просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеновской дифрактометрии (РД) для изучения процессов формирования цинксодержащих НЧ, синтезированных методом ионной имплантации в подложках Si(001).

Объектами исследования являлись два набора образцов монокристаллических подложек Si(001), которые отличались условиями имплантации:

1) имплантация ионов цинка Zn^+ (50кэВ, $5x10^{16}см^{-2}$) с последующим отжигом в атмосфере кислорода при температурах 600^0C, 800^0C и 1000^0C.
2) двойная имплантация ионов Zn^+ (120кэВ, $5x10^{16}см^{-2}$) и O^+ (35кэВ, $5x10^{16}см^{-2}$), с различным порядком введения имплантированных ионов.

Температура подложки в процессе имплантации всех образцов составляла 350^0C.

Для определения структуры материала проводился анализ поперечных сечений имплантированных слоев методами высокоразрешающей (ВР) ПЭМ на электронном микроскопе JEM-2100. После имплантации обнаружены НЧ цинка со средним размером 20нм. Отжиг приводит к окислению Zn до фазы Zn_2SiO_4. Окисление НЧ идет с поверхности (рис.1(a-d)). Режим ВР позволил определить структуру “core-shell” НЧ.

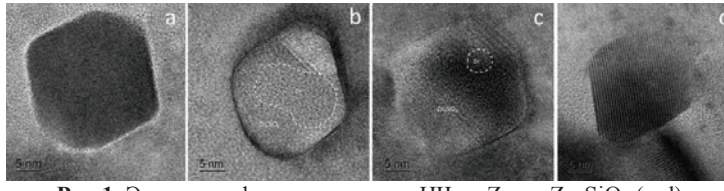


Рис.1. Эволюция фазового состава НЧ от Zn до Zn_2SiO_4 (a-d).

Рентгенодифракционные измерения проводили на многоцелевом рентгеновском дифрактометре D8 Discover (Bruker AXS) в скользящей геометрии. Исследуемые образцы были с порядками имплантации O^++Zn^+ (образец #3) и Zn^+ + O^+ (образец #4). Совместное использование методов ПЭМ и РД позволило установить различия структур образцов, в зависимости от порядка имплантации. РД обнаружила фазу цинка в обоих образцах (Рис.2). В образце #4 НЧ Zn крупнее (30нм), чем в образце #3(12нм). Вероятно есть и другие цинксодержащие фазы, но из-за слабого сигнала определить точно их наличие не представляется возможным.

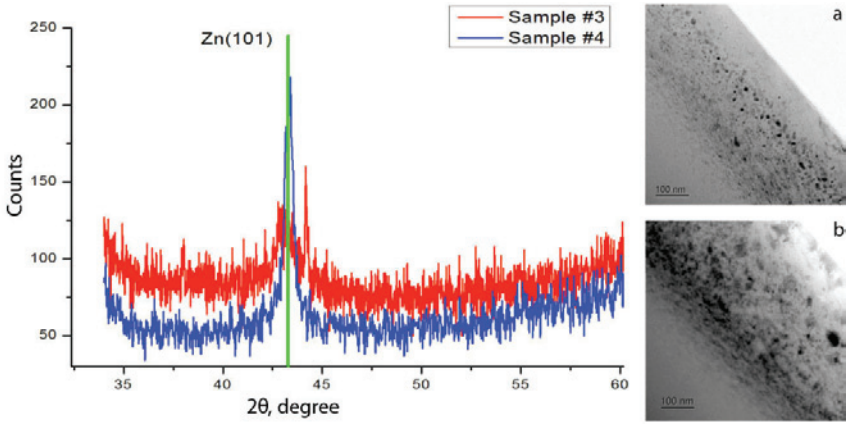


Рис.2. РД и ПЭМ а,б – светлопольное изображение поперечного сечения №3(а) и №4(б)

В образце №3 НЧ Zn находятся на глубине 130нм (Рис.2а). Размер НЧ от 3 до 15 нм. Ближе к поверхности, на глубине 35 нм, располагаются НЧ с размером порядка 5 нм. В образце #4, но из-за другого порядка имплантации НЧ Zn располагаются глубже (170 нм), и их размер варьируется от 10 до 50 нм (Рис.2б). НЧ Zn находятся на той же глубине, что и в образце #3 (35 нм) с размером порядка 10 нм. Размеры НЧ Zn, полученные ПЭМ и РД, хорошо согласуются.

Использование меньшей энергии имплантации Zn^+ приводит к формированию более крупных НЧ Zn, что связано с большим локальным пересыщением твердого раствора Zn в кремниевой матрице. Отжиг Zn НЧ в атмосфере кислорода приводит к формированию НЧ Zn_2SiO_4. Двойная имплантация ионов O^+ и Zn^+ в кремниевую матрицу в любом порядке не образует ZnO, а только НЧ Zn.

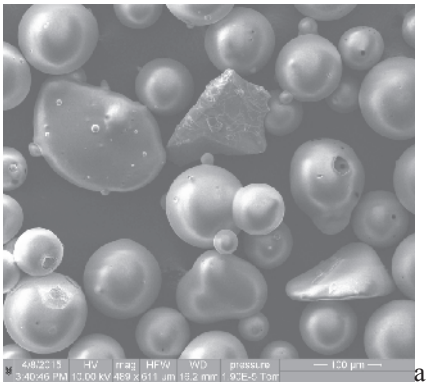
Электронно-микроскопический и рентгеноспектральный микроанализ механических примесей в сыпучем материале из стеклянных микросфер

О.Ю. Юнчина, В.В. Мокрушин, П.Л. Киселев

ФГУП «Российский Федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (РФЯЦ-ВНИИЭФ), 607188, Нижегородская обл., г.Саров, пр-т Мира 37, mcr@dep19.vniief.ru

Применение материала из стеклянных микрошариков предполагает стабильность реологических свойств, например, способность к беспрепятственной пневмотранспортировке по трубопроводам малого сечения. Наличие механических примесей с частицами случайной несферической формы может тормозить движение микросфер в потоке газа-носителя или стать причиной закупорки. Исследование с помощью метода сканирующей электронной микроскопии (ЭМ) и рентгеновского спектрально микроанализа (РСМ анализа) обусловлено необходимостью выяснения природы примесных частиц для выработки эффективных способов очистки сыпучего материала, состоящего из микрошариков СМШ-2 по ТУ 592960-002-11471671. В состоянии поставки образец содержал значительное количество посторонних включений черного и бурого цвета и имеющих, как правило, случайную форму значительно отличающуюся от шарообразной.

В ходе исследования обнаружено (рис. 1), что для основной массы частиц, характерна сферическая форма и достаточно гладкая поверхность, обусловленная технологией изготовления микросфер путем ультразвукового или центробежного дробления струи расплавленного стекла. Среди сферических частиц были обнаружены также включения элипсоидной формы, сплавленные сферические частицы, а также образования с неправильной (случайной) формой и различным рельефом поверхности. РСМ анализ химического состава частиц шарообразной и округлой формы отражает набор элементов, входящих в состав стекла в виде сплава алюмосиликатов K, Na, Mg и Ca [1]. Частицы, имеющие случайную форму, отличаются друг от друга по химическому составу. Часть из них имеет состав близкий к составу частиц шарообразной формы, который характерен для алюмосиликатного стекла, что позволяет считать их неоплавленными частицами исходной шихты для получения стеклянных микрошариков. Однако, встречаются частицы неправильной формы, имеющие в своем составе большое количество железа, содержание которого варьируется в пределах от 4 до 60 %масс. При этом содержание элементов, относящихся к составу стекла (Al, Si, K, Na, Mg и Ca) не соответствует количеству, характерному для частиц шарообразной формы и меняется от частицы к частице случайным образом.


а

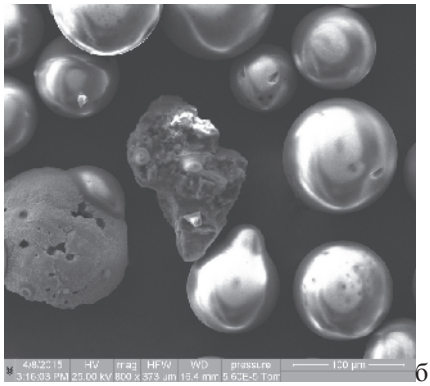

б

Рис. 1. ЭМ изображения различных фрагментов частиц СМШ-2 при увеличении 489х (а) и при увеличении 800х (б)

Присутствие в составе анализируемого материала частиц неправильной формы с большим содержанием железа может быть объяснено как фактом загрязнения исходной шихты для варки стекла оксидами железа, так и их случайным попаданием в материал после изготовления шариков из расплава стекла. Наличие в составе оксида железа II и близких нестехиометричных оксидов придает частицам черную окраску, а оксид железа III придает им бурый цвет [2].

По результатам проведенного исследования был сделан вывод о том, что наличие примесей с частицами случайной формы может оказать негативное влияние на реологические свойства материала стеклянных микрошариков и стать причиной затруднения пневмотранспорта. Из-за относительно близкого химического состава, плотности и размера частиц материала и примесей предложено использовать механическое или седиментационное разделение частиц сферической и случайной формы.

1. *П.Д.Саркисов, Л.А.Орлова.* Стекло неорганическое. Химическая энциклопедия. Том.4. М.: Большая российская энциклопедия, 1995, с.422-424.
2. *Е.Ф.Вегман.* Железа оксиды. Химическая энциклопедия. Том.2. М.: Советская энциклопедия, 1990, с.131-132.

Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ стеклянного бисера XIX века

Т.В. Юрьева[1], И.Б. Афанасьев[2], В.А. Юрьев[3]

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

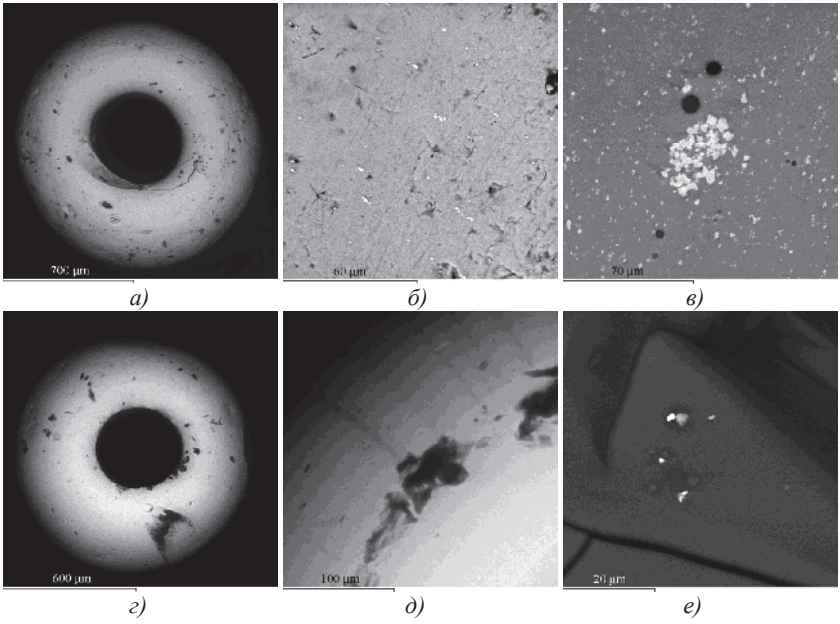
Существует обширная научная литература по исследованию структуры, состава и коррозии археологического и этнографического стеклянного бисера (бус) [1–4]. Однако работы, посвященные изучению деградации стеклянного бисера в светских и церковных предметах, сохраняемых в музеях, который в существенно меньшей мере был подвержен воздействию агрессивных агентов, практически не представлены в литературе. Деградация стеклянного бисера всегда связывается с воздействием внешних факторов, прежде всего, атмосферной влаги, на стекло, из которого он изготовлен. Обычно в качестве процесса, приводящего к разрушению массива стекла, рассматривается химическая коррозия («криззлинг»); потенциальные физические причины разрушения, заложенные в процессе его производства: упругие напряжения, преципитаты, стимулированная диффузия компонентов стекла и т.д.– не принимаются во внимание.

Ранее авторами настоящего доклада была предложена физическая модель разрушения сине-зеленого («нестабильного») бисера, согласно которой причиной его деградации является напряжение, вызываемое преципитатами, которые выпадают в процессе его изготовления, и порождающее внутренние микротрещины и протяженные примесные атмосферы; преципитаты содержат до 40 весовых % сурьмы и состоят из ее химических соединений [5, 6].

Бисер, содержащий меньше Sb (например, желтый) или не содержащий ее (белый, красный), в существенно меньшей степени подвержен разрушению и разрушается иначе. Исследование красного граненого бисера середины XIX в. показало, что его стекло содержит значительное количество углерода и калия, т. е. при его производстве, вероятно, использовалась зола. На сколах бисера обнаружены микровключения разного типа: содержащие цинк, серу и барий; содержащие ртуть, молибден и мышьяк; содержащие углерод и значительные количества железа, свинца, магния и алюминия; содержащие углерод и значительные количества золота и мышьяка. Коррозия данного бисера происходит посредством образования чешуек на

гранях. Предполагается, что холодная огранка бисера оставляет на поверхности граней микротрещины, разрастающиеся с течением времени; разлом бисера происходит, вероятно, в месте соединения граней (на ребре).

В докладе представлены результаты исследования химического состава и микроструктуры стекла бисера различных видов и цветов, и обсуждаются механизмы его разрушения.



а) *б)* *в)*

г) *д)* *е)*

Рис. 1. РЭМ-изображения (Tescan Vega-II XMU) образцов непрозрачного стеклянного бисера: (а, б) желтый, (в) сине-зеленый, (г, д) белый, (е) красный граненый; (б, в, е) сколы; метка, мкм: (а) 700, (б) 60, (в) 70, (г) 600, (д) 100, (е) 20.

1. *T. Palomar, M. García-Heras, M.A. Villegas.* Bol. Soc. Esp. Ceram., 2009, 48, 187–194.
2. *P.J. Sirois*. The Deterioration of Glass Trade Beads from Canadian Ethnographic and Textile Collections, James & James, London, 1999.
3. *S. Lougheed*. Symposium 86: The Care and Preservation of Ethnographic Materials, Canadian Conservation Institute, Ottawa, 1988.
4. *A. Bonneau, J.-F. Moreau, R.G.V. Hancock, K. Karklins*. BEADS: J. Soc. Bead Researchers, 2014, 26, 35–46.
5. *T.V. Yuryeva, V.A. Yuryev*. J. Opt., 2014, 16, 055704.
6. *Т.В. Юрьева, И.Б. Афанасьев, В.А. Юрьев.* XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел, г. Черноголовка, 1 – 4 июня 2015 г., с. 418–419, doi: 10.13140/RG.2.1.2780.4321.

Секция 10.
Применение методов микроскопии в химии и геологии

Эволюция морфологии и микроструктуры гетерогенных ионообменных мембран при термообработке в различных водных средах

Э.М. Акберова, В.И. Васильева, Е.А. Голева

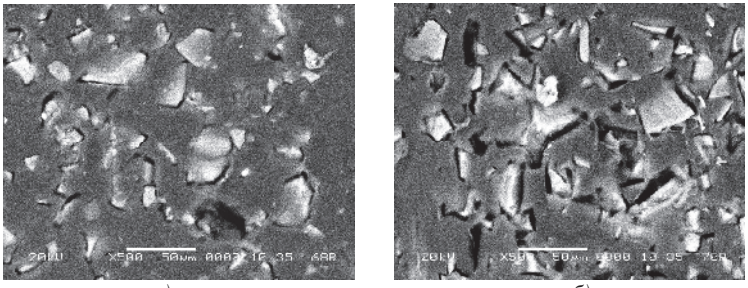
Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия

В настоящее время интенсификация электродиализных методов очистки и разделения растворов связана с необходимостью работы при повышенных температурах (высокоинтенсивный и высокотемпературный варианты электродиализа). При этом одно из главных значений приобретают процессы деструкции поверхностного слоя мембран, поскольку химический состав и морфология поверхности во многом определяет скорость реакции диссоциации молекул воды, негативно влияющая на развитие электроконвективной нестабильности.

В работе проведено исследование влияния температурного воздействия на морфологию и микроструктуру сильноосновной анионообменной мембраны МА-41 (ООО ИП Щекиноазот) и экспериментальных образцов поверхностно модифицированной мембраны МА-41М и мембраны МА-41П на основе слабосшитого анионообменника. Характеристику морфологии мембран проводили с использованием растровой (РЭМ) и атомно-силовой (АСМ) микроскопии. Применение микроскопа JSM-6380 LV (Япония) с регулируемым давлением в камере с исследуемым образцом позволило исследовать в низковакуумном режиме поверхность мембран в набухшем состоянии. Количественная оценка доли и размеров микрофаз проводилась с помощью авторского программного комплекса [1], в котором реализованы методы цифровой обработки электронно-микроскопических фотографий мембран, позволяющие проводить автоматизированный анализ их морфологии.

Из анализа электронных микрофотографий (рис. 1) установлено, что после температурного воздействия на поверхности и в объеме набухших образцов мембран установлено изменение доли и размеров ионообменных участков, а также пористости. Результаты количественной оценки порового состава набухших образцов свидетельствуют о росте доли поверхностной пористости сильноосновных мембран МА-41 и МА-41М в 2,8 и 1,4 раза, соответственно. Такое изменение структуры сопровождается ростом величин средневзвешенного радиуса макропор. После кипячения в воде увеличение размера пор на поверхности мембран составляет 23-30 %. При этом выявлено увеличение на 4-24% как доли, так и средневзвешенного радиуса ионообменных участков на поверхности. Рост доли и линейных размеров ионообменных участков на поверхности мембран в набухшем состоянии

свидетельствует о термохимической деструкции ионообменника, приводящей к уменьшению степени сшивки его полимерной матрицы.



а) *б)*

Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности сильноосновной анионообменной мембраны МА-41 в набухшем состоянии после кондиционирования (а) и нагревания в воде при 100°С в течение 50 ч (б).

Изображения поверхности гетерогенных анионообменных мембран МА-41 и МА-41П имело вид развитой хаотичной структуры, средняя арифметическая шероховатость которой для слабосшитой мембраны в два раза выше, чем для сильносшитой. Согласно гистограммам распределения по высотам установлено, что для кондиционированного образца мембраны МА-41 максимальная плотность соответствовала среднему значению шероховатости 700 нм. По сравнению с мембраной МА-41 на основе сильносшитого анионообменника для слабосшитой мембраны МА-41П характерна более значительная несимметричность плотности распределения значений высот. Полученные гистограммы распределения высот на поверхности анионообменных мембран после температурного воздействия демонстрировали смещение распределения в сторону значительно больших значений.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ (проекты № 15-08-05031 и 16-38-00572 мол_а).

1. *Е.А. Сирота, Н.А. Кранина, В.И. Васильева, М.Д. Малыхин, В.Ф. Селеменев.* Вестник ВГУ, Серия: Химия. Биология. Фармация, 2011, № 2, 53-59.

Изучение методами электронной микроскопии и рентгеновской дифракции компонентов синтетической породы

В.В. Акимов[1], К.Ю. Арсентьев[1]

1. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского 1А, Россия

Для экспериментального моделирования процессов образования золоторудных месторождений и условий, способствующих концентрированию благородных металлов (БМ), была разработана концепция синтетической породы. Она предполагает изучение поведения наночастиц БМ и минералов-концентраторов БМ с разной дисперсностью и структурно-химическим состоянием в условиях образования гидротермальных месторождений черносланцевого типа.

К минералами-концентраторами БМ относится исследованные нами пирит (FeS_2) из нерудной зоны месторождения Сухой Лог, суперкварцит (α-SiO_2) из месторождения Бурал-Сардык и углеродистое (графитизированное) вещество (высокодисперсный графитовый порошок марки МПГ-1).

Для обеспечения определенной дисперсности и структурно-химического состояния минералов (дефектности и химической активности поверхности) они были механически диспергированы в шаровой планетарной мельнице: суперкварцит в течение 20, 40, 60 и 120 мин; пирит – 15, 30 и 60 мин.

Наночастицы золота наносились на поверхность высокодисперсных материалов методом магнетронного распыления золотой мишени в течение 20, 40, 80 и 120 с. Особенность методики напыления заключалась во встряхивании порошков (высокочастотном вибрировании столика с образцом) во время напыления.

Данные о дисперсности, дефектности, удельной поверхности и пористости образцов были получены методами электронной микроскопии (РЭМ и ПЭМ), рентгеновской дифракции (РСА), сорбции-десорбции азота (метод БЭТ), анализом лазерной дифракции (ЛД) на дисперсных материалах.

В результате проведенного исследования установлено необычное поведение суперкварцитов при механоактивации. Свыше 40 мин диспергирования наблюдается сильная дифференциация частиц по размеру (рис. 1), причем агрегированные частицы устойчивы к мощному ультразвуковому воздействию, которое используется при анализе размеров частиц методом ЛД. Данные ЛД показали бимодальное распределение и смещение пиков в сторону больших размеров при увеличении времени диспергирования, что противоречило данным БЭТ и РСА, которые указывали на увеличение

удельной поверхности и уменьшение областей когерентного рассеяния с возрастанием времени диспергирования. Следовательно, использовать данные ЛД для силикатов (в частности кварцитов) нужно с большой осторожностью.

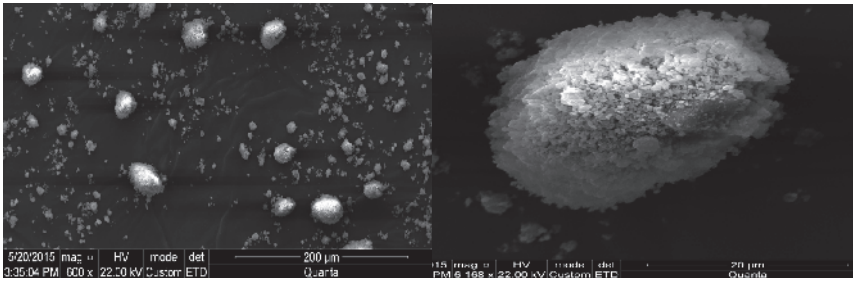


Рис. 1. Изображения РЭМ частиц механоактивированного в течение 40 минут суперкварцита.

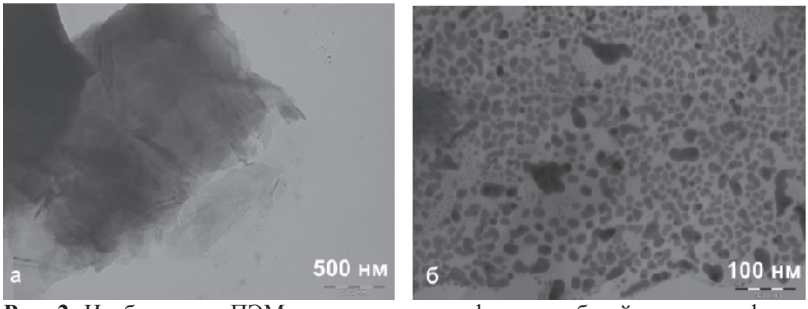


Рис. 2. Изображения ПЭМ порошкового графита: а- общий вид и морфология поверхности частиц графита; б – распределение напыленных (40 с) на графит наночастиц Au.

Разработанная нами методика напыления наночастиц БМ на порошковые материалы позволяет получать однородно распределенные по поверхности изоразмерные НЧ золота, рис.2. Ранее (без встряхивания образца) получались островковые микроструктуры со столбчатой (неизоразмерной) наноструктурой. Данные ПЭМ и РСА по размерному распределению частиц качественно совпадают. В зависимости от условий напыления медианный размер частиц находится в пределах 5-15 нм с низкой дисперсией.

Исследования поддержаны Российским фондом фундаментальных исследований, грант №16-05-00406.

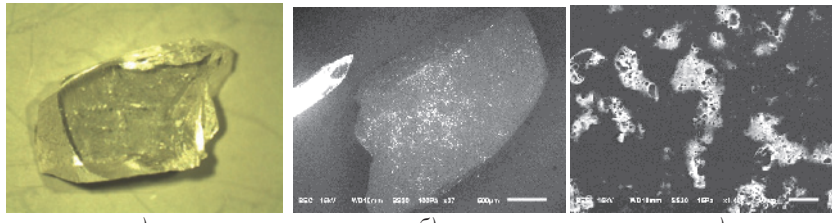
Влияние импульсных энергетических воздействий на морфологию и структурно-химические свойства поверхности алмазов (РЭМ-РСМА, АСМ, РФЭС)

Н.Е. Анашкина, И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева

Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Россия

Повышение эффективности процесса обогащения алмазосодержащих руд может быть достигнуто при создании и реализации новых энергосберегающих методов увеличения качества концентратов за счет разупрочнения кимберлита, селективного распознавания и выведения кристаллов алмазов при дроблении и измельчении, выявления новых разделительных признаков и увеличения контрастности физико-химических, электрофизических и люминесцентных свойств алмазов и минералов породы [1]. В докладе представлены новые экспериментальные данные об изменении морфологии, физико-химических и электрических свойств поверхности алмазов 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) в условиях, допускающих развитие искрового разряда.

По данным РЭМ (растровый низковакуумный электронный микроскоп JEOL JSM-6610LV) на поверхности плоскогранных кристаллах алмазов размером (-2+1 мм) среднеазотной популяции (рис.1*а*) в исходном (без энергетических воздействий) состоянии наблюдались дискретные автономные минеральные фазы с микро- нанопористой структурой (рис.1*в*), неравномерно распределенные по поверхности кристалла алмаза (рис.1*б,в*).



.а) *.б)* *.в)*

Рис. 1. ОМ (*а*) и РЭМ (*б*), (*в*) изображения кристалла алмаза в исходном (до воздействия МЭМИ) состоянии. Масштабные линейки – 500 мкм (*б*), 10 мкм (*в*)

В результате МЭМИ-обработки кристалла алмаза в течение 30 с наблюдалось отделение фрагментов размером от 40 до 100 мкм вторичных минеральных фаз от поверхности кристалла, предположительно, сульфата кальция и оксидов (гидроксидов) железа (РЭМ-РСМА). Микроскопические наблюдения, выполненные с использованием конфокального лазерного

сканирующего микроскопа (KEYENCE VK-9700), за "поведением" единичных поверхностных микротрещин не выявили их роста вследствие воздействия МЭМИ на кристалл алмаза в течение 30-50 с.

По данным РФЭС наносекундные МЭМИ вызывали изменение функционального покрова поверхности алмазов с образованием гидроксильных и/или карбонильных групп вследствие окисления поверхностного слоя кристаллов при взаимодействии с активными продуктами радиолитического разложения водно-воздушной среды. Данный факт подтверждается увеличением электрокинетического потенциала кристаллов в области отрицательных значений (метод электроосмоса), изменением морфологических свойств (рис. 2) и увеличением гидрофобности поверхности алмазов, предположительно, вследствие отслоения и частичного разрушения гидрофильных минеральных пленок вторичных фаз на поверхности кристаллов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (14-05-00007 А).

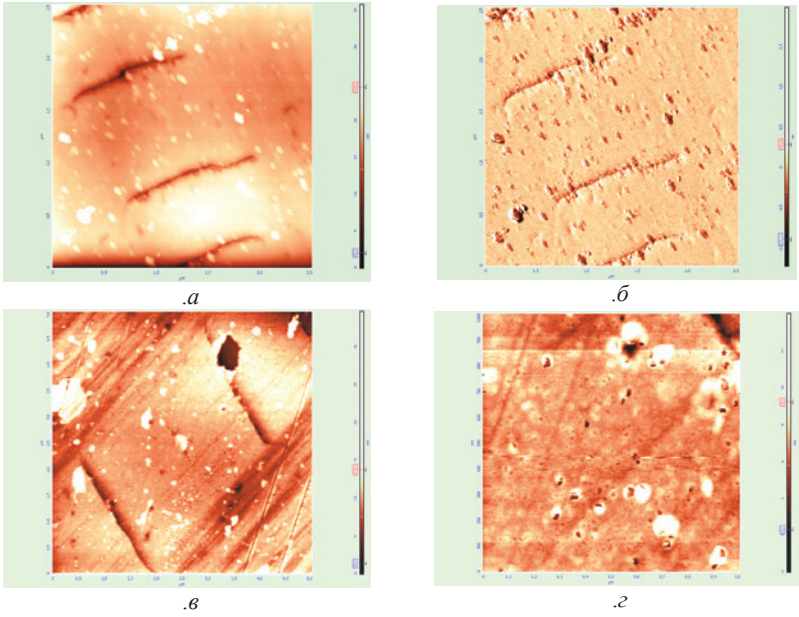


Рис. 2. АСМ – изображения рельефа (*а*), (*в*) и фазового контраста (*б*), (*г*) для поверхности алмаза до (*а*), (*б*) и после (*в*), (*г*) обработки МЭМИ (30 с). Размер сканов: (*в*) 5 х 5 мкм, Z ~ 30 нм; (*а*), (*б*) 2,5 х 2,5 мкм, Z ~ 30 нм; (*г*) 1,0 х 1,0 мкм, Z ~ 15 нм

1. *В.А. Чантурия, Б.Е. Горячев.* Обогащение алмазосодержащих кимберлитов // Прогрессивные технологии комплексной переработки минерального сырья. – М.: Изд. Дом "Руда и Металлы", 2008, 151-163.

Сравнительный анализ электрической неоднородности поверхности сульфокатионообменных мембран СМ Pes

В.И. Васильева[1], Э.М. Акберова[1], Е.Ю. Кожухова[1], В.И. Заболоцкий[2], А.Ю. Бут[2]

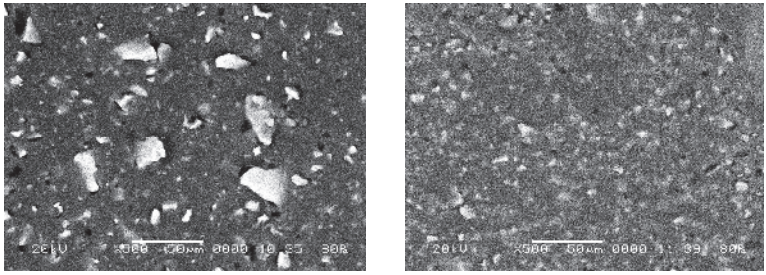
1 Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия
2 Кубанский государственный университет, г. Краснодар, Россия

Из современных теоретических представлений и результатов экспериментальных исследований следует, что на интенсивность электроосмотической конвекции в растворе на границе с ионообменной мембраной влияют свойства поверхности мембраны: электрическая и геометрическая неоднородность, природа фиксированных групп, гидрофобность. Поэтому в настоящее время одно из направлений, по которому идет совершенствование электромембранных методов – разработка новых мембран с оптимизированной морфологией поверхности, которое, в частности, может быть достигнуто воздействием повышенных температур на ионообменные материалы [1].

В работе проведена оценка степени электрической неоднородности экспериментальных образцов гетерогенных катионообменных мембран СМ Pes (АО Мега, Чехия), полученных вальцеванием гомогенизированной смеси измельченного ионообменника с различной степенью дисперсности с полиэтиленом. Степень дисперсности сульфокатионообменника варьировалась путем использования разного времени его измельчения. Характеристику морфологии набухших образцов мембран проводили с использованием растрового электронного микроскопа JSM-6380 LV (Япония) с регулируемым давлением в камере с исследуемым образцом. Количественная оценка доли и размеров микрофаз проводилась с помощью авторского программного комплекса [2], в котором реализованы методы цифровой обработки электронно-микроскопических фотографий мембран, позволяющие проводить автоматизированный анализ их морфологии.

Электрическая неоднородность поверхности мембран характеризуется долей и размерами токопроводящих участков поверхности (ионообменник), а также расстоянием между ними (полиэтилен). Из анализа электронных микрофотографий (рис. 1) установлено, что доля ионообменника для гетерогенных мембран СМ Pes с разной степенью измельчения ионообменника практически одинакова и составляет 15-17%. Радиус участков выхода ионообменных зерен на поверхность сульфокатионообменных мембран имеет значительный размах варьирования: для образцов на основе ионообменника, подвергшегося измельчению в течение 5 и 80 мин., он – 0,4-15,0 мкм и 0,4-9,0 мкм, соответственно (рис. 2). Результаты количественной

оценки порового состава набухших образцов свидетельствуют об уменьшении доли поверхностной пористости мембран в 1,7 раза с ростом времени измельчения, что сопровождается уменьшением эффективных размеров макропор на 30%.



а) *б)*

Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности сульфокатионообменных мембран СМ Pes. Время измельчения ионообменника: 5 мин (а) и 80 мин (б).

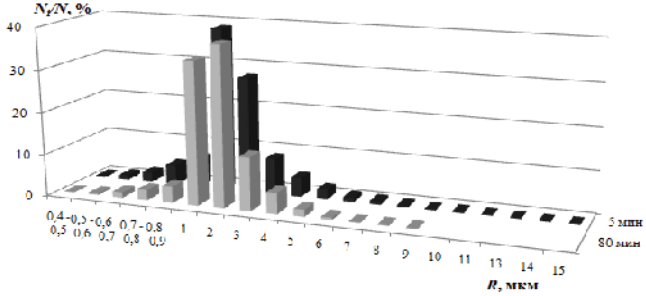


Рис. 2. Распределение участков ионообменника по радиусам для набухших кондиционированных образцов мембран СМ Pes с разным временем измельчения ионообменника.

Таким образом, для экспериментальных образцов мембран СМ Pes на основе ионообменника, подвергнутого большему времени измельчения, установлено уменьшение его размеров и сближение зон неоднородности на поверхности мембран, а также уменьшением радиуса окружающих их пор.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ (проекты № 15-08-05031 и 14-08-00663).

1. *В.И. Васильева, Н.Д. Письменская, Э.М. Акберова, К.А. Небавская.* Журн. физ. химии, 2014, Т. 88, № 8, 1114-1120.

2. *Е.А. Сирота, Н.А. Кранина, В.И. Васильева, М.Д. Малыхин, В.Ф. Селеменев.* Вестник ВГУ, Серия: Химия. Биология. Фармация, 2011, № 2, 53-59.

Морфология и свойства сегментированных силоксануретановых сшитых сополимеров

И.О. Волков[1], Л.В. Филимонова[1], Л.И. Макарова[1], О.В. Синицына[1], М.И. Бузин[1], А.А. Бурмистров[1], В.Г. Васильев[1], Е.С. Афанасьев[1], А.Г. Филатова[2], И.В. Яминский[1], Г.Г. Никифорова[1], Е.М. Белавцева[1]

1 Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 28, Россия,
2 Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Россия

Силоксануретановые сополимеры, получаемые реакцией диизоцианатов с олигоалкилен- и олигосилоксандиолами, представляют интерес благодаря сочетанию позитивных свойств, характерных для двух классов полимеров: полиуретанов и полисилоксанов. Такие блок-сополимеры состоят из жестких – диизоцианатных и гибких – олигодиольных сегментов. Следует отметить, что 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 настоящей работе исходными соединениями для синтеза таких сополимеров служили олигодиметилсилоксандиолы и олигобутиленоксиды в виде аддуктов с концевыми изоцианатными группами. Синтез вели в растворе метилэтилкетона. В качестве отверждающего агента применяли 2,4-толуилендиамин. Пленки сополимеров формировали на тефлоновой подложке. Комплексное исследование полученных сшитых сополимеров проводили методами СЭМ, АСМ, РФЭС, термического и термомеханического анализов, а также были определены деформационно-прочностные характеристики пленок.

Согласно данным ТГА температура начала разложения синтезированных сополимеров на воздухе лежит в области 300°С. Было обнаружено, что при содержании ≥ 16 мас.% силоксанового компонента в блок-сополимерах наблюдаются две температуры стеклования, близкие к T_c олигодиметилсилоксандиола и олигобутиленоксида. Показано, что деформационно-прочностные характеристики пленок синтезированных сшитых сополимеров меняются в пределах $\sigma = 31 – 57$ МПа, $\varepsilon = 600 – 1000$ % при изменении содержания силоксанового компонента.

Методом РФЭС установлено, что поверхность исследованных силоксан-содержащих полиуретанов обогащена силоксановым компонентом, что, очевидно, обусловлено его низкой поверхностной энергией.

Методом АСМ было обнаружено, что поверхность пленок характеризуются низкой среднеквадратичной шероховатостью порядка 10 нм. По-

верхность пленок состоит из агломератов глобул с диаметром 30 – 50 нм и высотой около 4 нм. Распределение агломератов глобул по размерам близко для образцов с различным химическим составом. Однако, в случае более высокого содержания олигодиметилсилоксандиолов рельеф поверхности становится более равномерным. Размеры агломератов глобул согласуются с данными, полученными СЭМ.

Была изучена взаимосвязь морфологии пленок и механических свойств. Установлено, что образцы, обладающие хорошими механическими свойствами, характеризуются более однородной структурой.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, коды проектов 15-03-01025-а и 15-03-04366-а.

Оценка влияния состава и структуры природных наноструктурированных углеродных материалов на их электромагнитные свойства с применением методов микроскопии

Е.А. Голубев

Институт геологии Коми научного центра УрО РАН, г. Сыктывкар

Природные наноструктурированные углеродные материалы обладают рядом уникальных физико-химических свойств, среди которых одними из наиболее востребованных являются электромагнитные [1-6]. По многим параметрам эти материалы являются аналогами синтетического стеклоуглерода. Основное отличие их от стеклоуглерода заключается в присутствии разнообразных по составу, содержанию и размерам примесей, что стимулируют более детальное изучение их влияния на электрофизические свойства природных углеродов.

Изучались образцы природных углеродных материалов из месторождений Карелии, Новой Земли, Казахстана, Приполярного Урала, Крыма и др., различающихся геологическими процессами образования и соответственно физико-химическими условиями при их формировании. Наблюдение сколотой поверхности образцов и определение элементного состава производилось с помощью СЭМ Tescan Vega LMH (Чехия) с энергодисперсионным детектором X-MAX, Oxford Instruments. Исследование нанотопографии поверхности образцов и их локальных электрофизических свойств методами отображения сопротивления растекания и электросиловой спектроскопии проводилось с помощью Интегра Prima (NT-MDT). Напряжение смещения, прикладываемое при сканировании между зондом и поверхностью образца, изменялось от 0.2 В до 6 В. Достаточным для регистрации проводящих свойств поверхности на фоне шума считался уровень силы тока 0.3 нА.

Примеси в образцах присутствуют в виде изолированных минеральных включений микро-нанометровых размеров и практически равномерно распределенных атомных кластеров и молекул по краям и между пачками графеновых слоев. Рассматривается возможное влияние на локальные электрофизические свойства примесей по краям графеновых стопок, являющихся структурными элементами шунгита [7], а также тонкой структуры самих графеновых стопок.

Влияние минеральных включений, которые хорошо определяются методом рентгеноспектрального микроанализа в сочетании со сканирующей электронной микроскопий, на электромагнитные свойства углеродных веществ проявляется, прежде всего, в СВЧ-диапазоне, который широко

используется в современной радиотехнике и связи. В работе были изучены образцы с широким варьированием содержания углерода – от 3 до 95 %. Образцы были подготовлены в виде тонких пленок толщиной около 20 мкм и линейными размерами 2х2 см. Измерения проводились в диапазоне частот 14÷38 ГГц при комнатной температуре.

Анализ спектров коэффициентов отражения и прохождения электромагнитных волн в СВЧ-диапазоне показал, что углеродные вещества со схожей структурой углеродной матрицы, но при этом с различным содержанием углерода, можно разделить на три группы по содержанию углерода (свыше 60%, от 60 до 30% и менее 30%), в рамках которых наблюдаются существенные различия электромагнитных свойств. Указанные совокупности проводящих и непроводящих областей могут быть представлены в виде упрощенной эквивалентной электрической схемы, состоящей из конденсаторов, резисторов и индуктивностей.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-05-04369).

1. *Зайденберг А.З., Ковалевский В.В, Рожкова Н.Н, Туполев А.Г.* // Журнал физической химии. 1996. № 1. С. 107–110.

2. *Парфеньева Л.С., Смирнова И.А., Зайденберг А.З., Рожкова Н.Н., Стефанович Г.Б.* // Физика твердого тела. 1994. Т. 36. № 1. С. 234–236.

3. *Березкин В.И., Константинов П.П., Холодкевич С.В.* // Физика твердого тела. 1997. Т. 39. № 10. С. 1783–1786.

4. *Берёзкин В.И.* Формирование, строение, свойства замкнутых частиц углерода и структур на их основе. Автореф. дисс. докт. физ.-мат. наук. Новгород. 2009. 33 с.

5. *Зайцев Г.Н., Ковалевский В.В.* // Геология и полезные ископаемые Карелии. Вып. 9. Петрозаводск: КарНЦ РАН, 2006. С. 135-139.

6. *Туполев А.Г., Рожкова Н.Н.* // Геология и полезные ископаемые Карелии. Вып. 11. Петрозаводск: КарНЦ РАН, 2008. С. 249-254.

7. *Голубев Е.А.* // Физика твердого тела. 2013. Т. 55. №5. С. 995–1002.

Определение типа ударника импактного кратера Жаманшин методами электронной микроскопии

Т.А. Горностаева

ИГЕМ РАН, Москва, Старомонетный, 35

Кратер Жаманшин расположен в Казахстане приблизительно в 200 км к северу от Аральского моря (N = 48°24', E = 60°58'). Метеоритным источником ранее было объяснено присутствие в геохимически рассеянном виде в тектитоподобных стёклах (иргизитах) Ni с содержанием от 0.12 до 0.40 мас.% [1; 2]. Кроме того, в иргизитах были найдены фрагменты метеоритного вещества в виде Ni-Fe металлических сферул [3]. Были выдвинуты различные предположения в отношении типа ударника: ряд исследователей полагали, что был метеорит хондритового состава [3], другие считали, что это был каменный метеорит [1] или железный метеорит [2]. Высказывалась также гипотеза, что ударником являлась комета. Так, по мнению [4] иргизиты приставляют собой материал ядра кометы, экранированный льдом и замёрзшими газами.

Исследования проводились с помощью просвечивающей (ПЭМ) и сканирующей (СЭМ) аналитической электронной микроскопии (микроскопы JEM-2100 + IETEM INCA-250 и JSM-5610LV + INCA-450). При СЭМ изучении фрагмента скола иргизита с матовой поверхностью была выявлена тонкая плёнка, покрывающая матричное стекло. В этой плёнке обнаружен ряд довольно крупных включений размером от 5 до 20 мкм, обогащённых никелем и фосфором. Карты распределения элементов, полученные с участка с этими частицами, зафиксировали присутствие в них только никеля и фосфора при полном отсутствии железа и кислорода. При этом пики кремния низкой интенсивности в местах расположения этих частиц указывает на то, что они покрыты тонким слоем стекла. Это же подтвердила и съёмка во вторичных электронах одной из таких частиц. Попытки количественного нормированного анализа с вращением этих частиц с учётом влияния матричного стекла в среднем дали атомное отношение Ni:P равное 3:1. Таким образом, обнаруженные фазы диагностируются как безжелезистый никельфосфид Ni_3P.

Описанные ранее металлические сферулы интерпретировались как фрагменты материала ударника, претерпевшие плавление совместно с материалом мишени [3]. При этом температура расплава превышала температуру плавления железа (1535°C). В нашем же случае ситуация совсем иная. Частицы камасита и никельфосфида не подвергались плавлению, а лишь испытывали соответственно пластические и упругие деформации. Здесь мы практически имеем неизменённую космогенную ассоциацию. Никельдоми-

нантный аналог шрейберзита $(Fe,Ni)_3P$ был впервые открыт [5] в целом ряде железных метеоритов - в разноструктурных октаэдритах, богатых никелем атакситах (октибегитах) и в углистом хондрите. Встреченный нами низкожелезистый никельфосфид, очевидно, принадлежал максимально богатой никелем ассоциации - октибегитам. Возможно, это объясняет повышенное содержание никеля в иргизитах.

При изучении на ПЭМ частиц с матовой пленкой было подтверждено конденсатное её происхождение. Кроме того на ПЭМ среди наноразмерных кристаллических включений в этой конденсатной пленке на поверхности другого фрагмента иргизита несколько раз была встречена интерметаллическая Al-Zn-фаза размером порядка 20 нм. Расчётная формула $ZnAl_2$ соответствует фазе – "UM1985-02-E:AlZn" [6]. Интересно, что подобные находки были переопределены как космогенный материал, принадлежащий к хондритам типа CV3 [7].

Столь гетерогенные компоненты внеземного вещества трудно отнести к какому-либо одному типу метеорита. Наиболее подходящим ударником в этом случае является комета. Кроме того, можно сделать вывод, что именно в стёклах тектитового типа в конденсатном их слое обнаружение субмикронных фрагментов ударников наиболее вероятно.

1. *Флоренский П.В., Дабижа А.И.* Метеоритный кратер Жаманшин. М.: Наука. 1980. 128 с.

2. *Taylor S.R., McLennan S.M.* Chemical relationships among irghizites, zhamanshinites, Australasian tektites and Henbury impact glasses // Geochimica et Cosmochimica Acta. 1979. V.43. №. 9. P.1551–1565.

3. *Glass B.P., Fredriksson K., Florensky P.V.* Microirghizites recovered from a sediment sample from the Zhamanchin impact structure // J. Geophys. Res. 1983. V. 388. Supp l. P. 319-330.

4. *Изох Э.П., Ле Дык Ан* Тектиты Вьетнама. Гипотеза кометной транспортировки // Метеоритика. М.: Наука. 1983. №. 42. С. 158-169.

5. *Бритвин С.Н., Коломенский В.Д., Болдырева М.М., Богданова А.Н., Крецер Ю.Л., Болдырева О.Н., Рудашевский Н.С.* Никельфосфид $(Ni,Fe)_3P$-никелевый аналог шрейберзита // Записки Российского минералогического общества. 1999. Ч. 128 Вып. 3.С.64-72.

6. *Разин Л.В., Рудашевский Н.С., Вяльсов Л.Н.* Новые природные интерметаллические соединения алюминия, меди и цинка - Хатыркит CuAl2, купалит CuAl и алюминиды цинка - из гипербазитов дунит-гарцбургитовой формации // Записки ВМО. 1985. Ч. 114. Вып. 1. С.90-100.

7. *MacPherson G.J., Andronicos C.L., Bindi L., Distler V.V., Eddy M.P., Eiler J.M., Guan Y., Hollister L.S., Kostin A., Kryachko V., Steinhardt W.M., Yudovskaya M., Steinhardt P.J.* Khatyrka, a new CV3 find from the Koryak Mountains, Eastern Russia //Meteoritics & Planetary Science. 2013. Т. 48. №. 8. С. 1499-1514.

Изолирующая роль конденсатного стекла как причина неокисляемости самородных металлов по данным электронной микроскопии

Т.А. Горностаева

ИГЕМ РАН, Москва, Старомонетный, 35

Самородные металлы, большая часть из которых представлены самородным железом, были найдены во всех пробах лунного реголита [1; 2; 3; 4]. Впервые А.П. Виноградовым с соавторами было обнаружено, что лунное самородное железо не окисляется даже при длительном хранении в земных условиях. Им же была выдвинута гипотеза, доминирующая и по настоящее время, которая предполагает определяющую роль солнечного ветра в сохранении самородного состояния [5]. Существует также гипотеза о существовании оксидной плёнки легированной сидерофильными примесями Ni, Co и др., которые присутствуют в этих частицах [6].

В лунном реголите самородное железо находятся, как правило, в виде микро- и наноразмерных шариков и тонкодисперсных выделений в ассоциации со стеклом [1; 2; 3; 4]. В процессе многократных импактных процессов и воздействия солнечного ветра происходит испарение материала поверхности Луны и его конденсация в виде стеклянной плёнки покрывающей частицы реголита. В результате исследования поверхности лунного реголита методом рентгеноэлектронной спектроскопии, было определено, что тонкодисперсное металлическое железо сосредоточено в поверхностном слое глубиной до 10 нм [6]. Позднее было показано, что частицы металлического железа находятся в конденсатном слое [7].

Проведённые исследования образцов лунного реголита на СЭМ (JSM-5610LV + INCA-450) и ПЭМ (JEM-2100 + IETEM INCA-250) подтвердили, что частицы беспримесного самородного железа встречаются в виде включений в стекле, а также отдельных частичек, которые также покрыты стеклом, образующим стеклянную плёнку, толщина которой варьировалась от 10 нм до нескольких мкм [8]. В то же время, оксидные формы железа в препаратах тонкой фракции лунного реголита встречается повсеместно, однако стеклом не покрыты. Окисление этих частиц, вероятно, произошло уже в земной атмосфере.

Присутствием стеклянного покрытия можно объяснить, например, и сохранность найденного нами самородного иттербия [9]. Частица самородного иттербия размером около 1.5 мкм была окружена кристаллами сильвина и галита. Она должна была бы активно прореагировать с ними с образованием хлорида. Однако, как следует из полученных нами данных, этого не произошло – в картах распределения элементов частица не содержит ни

кислорода, ни хлора, а вот слабый пик кремния от стекла в ЭДС-спектре присутствует.

При изучении тектитоподобных стёкол (иргизитов) кратера Жаманшин, как в СЭМ, так и в ПЭМ было найдено самородное железо. Карты распределения элементов, полученные в СЭМ от таких частиц размером до 10 мкм подтвердили отсутствие кислорода и каких либо других элементов в них. Съёмка во вторичных электронах показала, что частицы металла покрыты стеклом, как и в образцах лунного реголита. При ПЭМ исследовании в матрице конденсатных стёкол иргизитов зафиксированы включения нанокристаллов чистого самородного железа.

Стеклянная конденсатная плёнка на поверхности частиц выполняет консервирующую роль, предотвращая от окисления металлическое железо и другие металлы, образованные при импактах как на Луне, так и на Земле. Именно этим обстоятельством, наряду с ранее установленным влиянием солнечного ветра, и объясняется то, что многие металлы в лунном грунте сохраняются в неокисленном состоянии даже в атмосфере Земли.

1. *Frondel J.W.* Lunar Mineralogy. 1975. New York. Wiley-Interscience. 332 p.
2. *Богатиков О.А., Фрих-Хар Д.И., Ашихмина Н.А., Диков Ю.П., Цимбальникова А., Цилек В.* Силикатные стекла – индикаторы природных процессов // В кн.: Корреляция магматических пород Чехословакии и некоторых районов СССР. М.: Наука. 1983. С.171-176.
3. *Keller L.P, McKay D.S.* Discovery of vapor deposits in the lunar regolith // Science. 1993. V.261. P.1305-1307.
4. *Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А. (ред. Бортников Н.С.)* Новые данные по минералогии Луны (Луна под микроскопом). М.: Наука, 2007. 128 с.
5. *Виноградов А.П., Барсуков В.Л., Урусов В.С., Богатиков О.А.* «Свойство неокисленности ультрадисперсных форм простых веществ, находящихся на поверхности космических тел». Свидетельство на открытие № 279, открытие зарегистрировано в Государственном реестре открытий СССР 15 ноября 1979г.
6. *Виноградов А.П., Нефедов В.И., Урусов В.С., Жаворонков Н.М.* Рентгеноэлектронное исследование лунного реголита из морей Изобилия и Спокойствия // ДАН СССР. 1971. Т. 201. №4. С.953-960.
7. *Диков Ю.П., Герасимов М.В., Яковлев О.И., Иванов А.В.* Валентное состояние железа в конденсате реголита доставленного АЛС «Луна 16» // Петрология. 2009. Т. 17. №5. С.459-469.
8. *Горностаева Т.А., Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А.* Защитная роль стеклянной плёнки на поверхности металлических частиц лунного реголита // ДАН. 2014. Т. 459. № 3. С. 349–351.
9. *Мохов А.В., Карташов П.М., Горностаева Т.А., Богатиков О.А.* Самородный иттербий из реголита АС «Луна-24» // ДАН. 2011. Т. 441. №5. С. 670–673.

Особенности формирования биоморфных структур гейзеритов при участии экзополисахаридов

Л.В. Зайцева, Г.А. Карпов

Палеонтологический институт им. Борисяка РАН, Москва, Профсоюзная ул.,123; Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, г. Петропавловск - Камчатский, бульвар Пийпа, 9.

Гейзериты – кремнистые отложения горячих источников, состоящие в основном из опалового вещества, имеют колломорфную, глобулярную структуру в которой присутствуют многочисленные включения биоты. Такие включения очень часто представлены хорошо выраженными морфологически структурами фоссилизированных цианобактерий. У нас возникло предположение, что наряду с чисто хемогенным осаждением коллоидного кремнезема имеет место биоминерализация. Для всех цианобактерий характерно прижизненное выделение разнообразных органических веществ. Большую роль в осадконакоплении играют внеклеточные полимерные вещества – экзополисахариды (ЭПС), выделяемые цианобактериями. ЭПС внеклеточного полимерного вещества являются высокомолекулярными соединениями со сложной структурой, зависящей от физико-химических условий среды обитания. К главным функциям ЭПС относятся, кроме адгезии и иммобилизации, защита от высыхания и токсических веществ. ЭПС удерживает клетки вместе и представляет собой открытую пористую структуру (подобно губке) с пустыми пространствами, заполненными водой. ЭПС, в большом количестве выделяемые цианобактериями в водоемах, оказывают заметную роль на процессы осадконакопления. Экзополисахариды можно разделить на две группы: полисахариды клеточной стенки и внеклеточные полисахариды - гликокаликс, где полисахаридная слизь фактически не связана с организмом и является неотъемлемой частью водорослевого мата, при этом толщина слизистого слоя может превышать толщину собственно водорослевого слоя. Целью данной работы является попытка найти доказательства активного участия ЭПС в формировании химического состава и структурных особенностей гейзеритов. Изучение микроструктуры и химического состава микрообъектов гейзеритов из Долины гейзеров и кальдеры Узон (Камчатка) проведены на электронном микроскопе Zeiss EVO5O XVP с микроанализатором INCA Oxford 350 в Палеонтологическом институте РАН. Образцы гейзеритов, сколы, напыленные Au, позволяют видеть минерализованный ЭПС в гейзеритах Кам-

чатки (рис.1, фото 1-4). В составе образца гейзерита из кальдеры Узон присутствует: углерод и кремний рис.1- 2-2а. Сетчатое строение волокон ЭПС можно наблюдать на образцах гейзеритов из района гейзераУдачный, рис.1, фото 3,4. Химический состав такого образования отличается набором элементов: кроме C, Si присутствуют Mg, Al, Mn, Fe, Ca – рис.1-4-4а.

Исследования показали: ЭПС активно участвуют в формировании химического состава и структурных особенностей гейзеритов. Процесс окремнения ЭПС, позволяет сохранять детали его сетчатого строения. Помимо этого, экзополисахариды в виде вязкой субстанции проникают в пустоты в гейзеритах и образуют в них кавернозную структуру, при этом не только способствуя абиогенному осаждению кремния на поверхности, но, взаимодействуя с коллоидным раствором термальных вод, выполняет и концентрационную функцию, накапливая различные металлы. Можно предполагать образование соединений их с кремнием на активных центрах нуклеации на поверхности ЭПС.

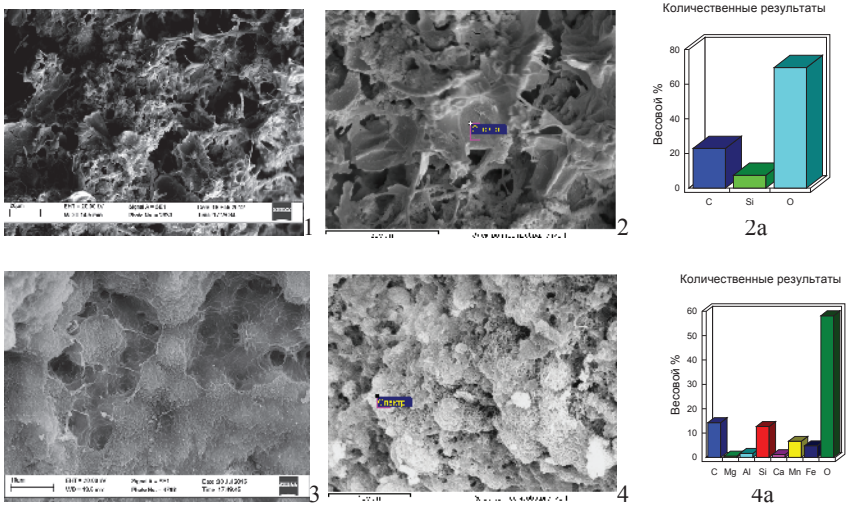


Рис.1 Минерализованный ЭПС в гейзеритах Камчатки на фото 1-4 и рис. 2а, 4а.

Механические свойства эмульсионных капель воды, стабилизированных асфальтенами

Ю.С. Замула[1], Э.С. Батыршин[1,2]

1 Башкирский государственный университет, 450076, З. Валиди 32, г. Уфа, Республика Башкортостан, Россия
2 Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, г. Уфа, Республика Башкортостан, Россия

Водонефтяные эмульсии являются актуальным объектом исследования для нефтяной промышленности. Такие эмульсии представляют собой гетерогенную систему, состоящую из микрокапель воды, диспергированных в нефти [1]. Капли воды в водонефтяных эмульсиях окружены стабилизирующей оболочкой толщиной 50-100 нм, состоящей из полярных компонентов нефти [2]. Эта оболочка препятствует коалесценции капель и делает водонефтяные эмульсии чрезвычайно устойчивыми к внешним воздействиям [3]. Наиболее распространенное мнение о формировании структуры такой оболочки связано с адсорбцией асфальтенов на межфазной границе вода-нефть (рис.1) [2]. Исследование реологии водонефтяных эмульсий неразрывно связано с определением механических свойств эмульсионных капель.

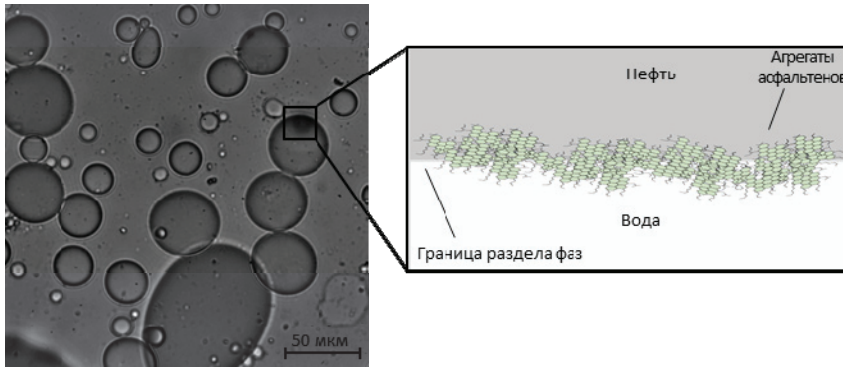


Рис. 1. Микрокапли водонефтяной эмульсии и схематичное изображение поверхности капли, покрытой асфальтеновой оболочкой.

В данной работе методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) были экспериментально исследованы механические свойства микрокапель воды, покрытых асфальтеновой оболочкой. Микрокапли были получены путем эмульгирования воды в растворе асфальтенов в гептоле (смесь гептана и толуола).

Экспериментальные исследования проведены на АСМ Agilent 5500AFM. Механические свойства капель оценивались из анализа кривых силовой спектроскопии (кривые «сила-расстояние»). Снятие кривых «сила-расстояние» производилось в жидкостной ячейке АСМ с использованием коллоидного зонда диаметром 3-5,5 мкм. Анализ кривых производился с использованием теоретической модели JKR (Johnson–Kendall–Robert) [4].

Толщина оболочки капель определялась также методами АСМ. Для этого полностью выпаривалась жидкая фаза капель, и производилось "сухое" сканирование профиля пленок асфальтенов, осевших на стеклянной подложке.

Результаты работы будут использованы для оценки механических свойств пленок, покрывающих эти капли, а также для построения механической модели капли и моделирования течения водонефтяных эмульсий.

1. *J. Sjoblom, N. Aske, I. Harald*. Our current understanding of water-in-crude oil emulsions. Recent characterization techniques and high pressure performance // Advances in colloid and interface science. — 2003. — Т. 102. — С. 399–473.

2. *P.K. Kilpatrick, P.M. Spiecker.* Asphaltene emulsions //Encyclopedic handbook of emulsion technology. — 2001. — Т. 3. — С. 707-730.

3. *L.A. Kovaleva, R.Z. Minnigalimov, R.R. Zinnatullin.* Destruction of water-in-oil emulsions in radio-frequency and microwave electromagnetic fields // Energy & Fuels. — 2011. — Т. 25. — № 8. — С. 3731-3738.

4. *H.-J. Butt, B. Cappella, M. Kappl*. Force measurements with the atomic force microscope: technique, interpretation and applications // Surface Science Reports. — 2005. — Т. 59. — № 1. — С. 1–152.

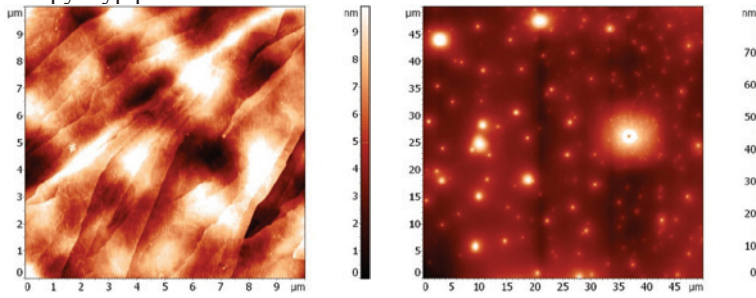
Взаимодействие тонких пленок олигопептидов с парообразными соединениями

М.А. Зиганшин[1], А.В. Герасимов[1], В.В. Горбачук[1], С.А. Зиганшина[1,2], А.А. Бухараев[2]

1 Химический институт им. А.М. Бутлеров, Казанский (Приволжский) федеральный университет, ул. Кремлевская, 18, Казань, Россия
2 Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского КазНЦ РАН, ул. Сибирский тракт, 10/7, Казань, Россия

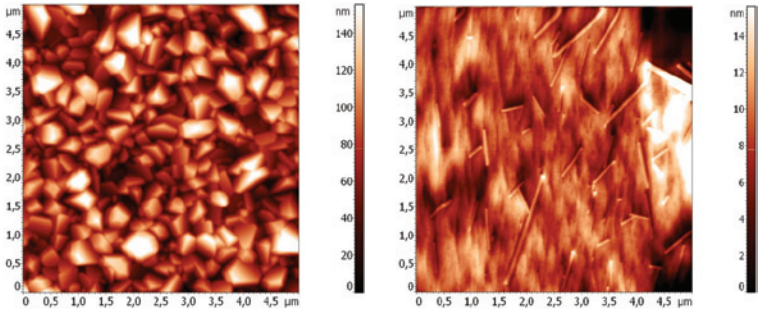
Наноструктурированные материалы вызывают значительный интерес и активно исследуются, благодаря их огромному потенциалу для практического применения [1,2]. Одной из основных проблем при разработке новых наноматериалов с использованием технологии «снизу-вверх» является поиск строительных блоков, способных к самоорганизации с образованием упорядоченных структур [3]. В последние годы наряду с неорганическими веществами интерес у исследователей вызывают материалы на основе органических соединений [4]. Весьма перспективными считаются коротко-цепные олигопептиды, способные к самоорганизации с образованием различных наноструктур в зависимости от условий формирования [5].

Особенностью олигопептидов является «мягкий характер» взаимодействия между молекулами (*soft materials*) [6], что дает возможность изменения их взаимного расположения в твердой фазе под действием внешних факторов [7]. Это свойство олигопептидов используют для получения наноструктур различного типа.



а) *б)*

Рис. 1. АСМ изображения поверхности пленки дипептида глицил-глицин, нанесенной из раствора в метаноле на ВОПГ (а) и слюду (б).



а) *б)*

Рис. 2. АСМ изображения поверхности пленок дипептидов а) аланил-изолейцин, насыщенной парами этанола, б) фенилаланил-аланин, насыщенной парами воды.

В настоящей работе методом АСМ изучено влияние на морфологию пленок ряда короткоцепных олигопептидов типа подложки и паров воды и органических соединений, относящихся к различным классам.

В результате исследования, установлено, что на процесс формирования пленок изученных олигопептидов существенное влияние оказывает тип используемой подложки. При использовании ВОПГ и слюды возможно получение аморфной пленки и образование на поверхности пленки кристаллических структур, Рис. 1.

Показано, что в результате взаимодействия аморфных пленок олигопептидов с парообразными соединениями на их поверхности могут формироваться наноструктуры различной формы, высоты и латеральных размеров, Рис. 2.

1. *P.S. Goh, A.F. Ismail*. Desalination, 2015, 356, 115-128.
2. *Z. Fan, X. Huang, C. Tan, H. Zhang*. Chem. Sci., 2015, 6, 95-111.
3. *E. Busseron, Y. Ruff, E. Moulin, N. Giuseppone*. Nanoscale, 2013, 5, 7098-7140.
4. *D.T. Bong, T.D. Clark, J.R. Granja, M.R. Ghadiri*. Angew. Chem. Int. Ed., 2001, 40, 988-1011.
5. *E. Gazit*. Chem. Soc. Rev., 2007, 36, 1263-1269.
6. *W. Hamley*. Angew. Chem. Int. Ed., 2003, 42, 1692-1712.
7. *P.A. Wright*. Science, 2010, 329, 1025-1026.

Самоорганизация в тонкой пленке дипептида L-глицил-L-глицин под действием парообразных органических соединений

С.А. Зиганшина[1], А.С. Морозова[2], А.А. Бухараев[1,2], М.А. Зиганшин[2]

1 Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского Казанского научного центра РАН, г. Казань, Татарстан, Россия
2 Казанский федеральный университет, г. Казань, Татарстан, Россия

Биосовместимые материалы на основе с короткоценых пептидов (олигопептидов) активно исследуются вследствие возможности их применения в различных технологиях [1]. Главной особенностью олигопептидов, вызвавшей этот интерес, является их способность к самоорганизации с образованием разнообразных структур: наночастиц, нановолокон, наностержней, нанопроводов, нанотрубок, наносфер и дендритных объектов. Такие наноструктуры используются в сенсорных систем для селективного обнаружения нейротоксинов, в качестве шаблонов для получения металлических нанопроводов и неорганических нанотрубок, для изготовления композитных материалов для устройств хранения энергии, как транспортные системы для доставки ДНК в живых клетках, трансмембранные каналы, а также для создания супергидрофобных поверхностей. Глицин входит в состав многих белков и биологически активных соединений. В организме человека используется в качестве источника энергии и участвует в синтезе глюкозы, играет важную роль в функционировании мозга [2]. Исследования свойств дипептида на основе глицина (L-глицил-L-глицин) представляют большой интерес в связи с возможностью его использования при производстве биологически активных и лекарственных препаратов.

В настоящей работе методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) исследована самоорганизация дипептида L-глицил-L-глицин (GG) в пленке под действием паров органических соединений и воды. Исследования проводили на микроскопе Solver P47Pro (НТ-МДТ, Россия) с помощью стандартных кантилеверов NSG-11(НТ-МДТ, Россия).

Для получения пленок GG на свежий скол высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) наносилось 10 или 40 мкл раствора GG в смеси метанола и воды.

Изучено влияние паров органических соединений на морфологию поверхности пленок дипептида GG различной толщины. При нанесении 10 мкл на поверхности ВОПГ формируется пленка толщиной 3-5 нм. Пленка гладкая и ровная. Шероховатость на скане 10x10 мкм составляет 0.96±0.05. Насыщение парами органических соединений пленки толщиной 10 нм не оказывает значительного влияния на морфологию ее поверхности, за ис-

ключением паров дихлорметана. В последнем случае на поверхности формировались наночастицы диаметром 150 – 200 ни, объединенные в цепочки.

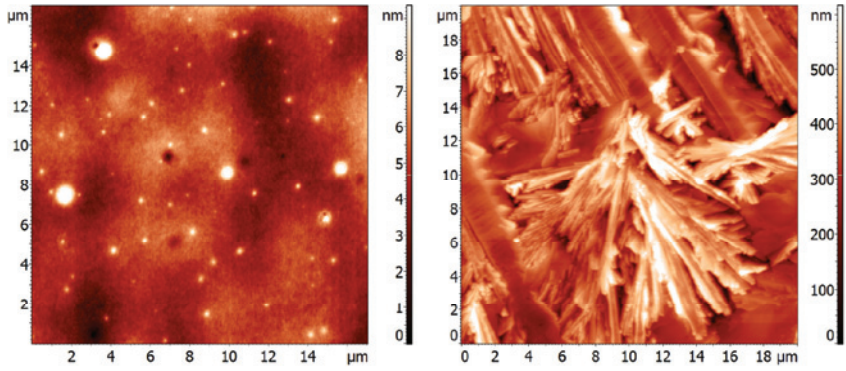


Рис. 1. АСМ изображения пленки GG толщиной 100 нм до (а) и после (б) насыщения парами пиридина.

При нанесении 40 мкл раствора на ВОПГ толщина пленки составляет ~100 нм. На поверхности исходной пленки (рис. 1а) наблюдаются сферические нанообразования диаметром 0.63 – 1,5 мкм, высотой 3 – 13 нм. Шероховатость на скане 10х10 мкм составляет 2.2±0.1. После насыщения парами пиридина на поверхности формируются кристаллические образования дендритной формы (рис. 1б). Кроме пиридина значительное влияние на морфологию поверхности оказывают пары ацетонитрила и хлороформа. После воздействия паров воды и метанола морфология поверхности начальной пленки GG практически не изменяется. Таким образом, установлено, что относительно малые по размеру молекулы воды и метанола не оказывают значительного влияния на морфологию поверхности пленки GG, т.е. не происходит ее структуризации. После воздействия паров пиридина, хлороформа, дихлорметана, молекулы которых обладают большим объемом, наблюдается самоорганизация пленки GG с формированием кристаллических и дендритных объектов. Полученные результаты могут быть полезными для разработки методики управляемой самоорганизации коротко-цепных олигопептидов под действием парообразных соединений.

1. *J.J. Panda, V.S. Chauhan,* Polym. Chem., 2014, 5, 4418–4436.

2. *M. Akram, M. Altaf, Kabir-ud-Din* Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 2011, 82, 217–223.

Ультрафракционирование элементов по данным изучения в СЭМ тонкодисперсной фракции лунного реголита

П.М. Карташов

ИГЕМ РАН, Москва, Старомонетный, 35

Благодаря лантаноидному сжатию (обусловленному заполнением электронами внутренних атомных орбиталей) 14 элементов с лантана по лютеций имеют одинаковое строение внешней электронной оболочки атома и близкие эффективные радиусы ионов. Поскольку химические свойства любого элемента определяются главным образом строением внешней электронной оболочки, которая задействована в образовании химических связей, а кристаллохимические свойства регулируются преимущественно валентностью и радиусом конкретного иона, в большинстве геохимических процессов все трехвалентные лантаноиды ведут себя практически одинаково. В общем случае, в природных геохимических процессах смесь трехвалентных лантаноидов ведет себя как единый элемент, обладающий эффективным радиусом иона соответствующим среднему радиусу элементов смеси. По тем же причинам гафний, тантал и вольфрам, следующие в периоде сразу же за лантаноидами, являются элементами-близнецами стоящих выше в группах циркония, ниобия и молибдена. Эффективное разделение их природных смесей на индивидуальные элементы - весьма сложная научно-техническая задача. Поэтому процессы их фракционирования в природе всегда привлекали большое внимание геохимиков. Кроме того, благодаря близости и одновременно закономерному различию свойств, эти элементы и отношения в их пáрах являются важными индикаторами в петрологии и геохимии.

Первоначальное изучение геохимии валовых проб реголита доставленного советскими АС серии «Луна» не показало каких то существенных отличий от других пород Луны. Однако детальное изучение этих проб на СЭМ (JSM-5610LV + INCA-450) позволило выявить в них богатую и разнообразную редкометальную минерализацию, где геохимические элементы-двойники находятся в ультрафракционированном состоянии. В первую очередь следует упомянуть самородные РЗЭ с крайне высокими уровнями фракционирования индивидуальных лантаноидов. Высокочистые, практически моноэлементные самородные церий [1,2] и иттербий [3], а также не установленный оксид европия [2] демонстрируют степень фракционирования не отмечавшуюся ранее в природе. Сюда же следует отнести находки высокочистых самородных циркония, гафния [4], ниобия [в печати], тантала [5,6], молибдена [6,7] и вольфрама [7].

Все эти необычные минеральные фазы отличаются целым комплексом схожих черт, однозначно указывающих на их генетическое родство. В первую очередь, это микроскопические фазы, размеры выделений которых не превышают первых микронов (за исключением самородного молибдена в одной четко определенной ассоциации, образующего микронные пленки большой площади [7]). Вторым отличительным признаком этих фаз является тонкодисперсность их строения – их микронные выделения часто являются агрегатами наноразмерных индивидов. Третьей характерной особенностью этих фаз является их тесная ассоциация с конденсатными силикатными стеклами импактного происхождения. Лишь в редких случаях наблюдалось отсутствие таких стеклянных пленок на поверхности частиц этих фаз. С одной стороны, такие пленки затрудняли элементный анализ, привнося в результирующий спектр излишек кислорода. С другой стороны, они предохраняли ультрадисперсные самородные фазы от окисления в ходе их хранения на Земле. Фазы, не покрытые такими пленками, попросту окислились и не попали в поле нашего зрения.

Единственным природным процессом, удовлетворительно объясняющим как химические, так и морфологические особенности изученных нами фаз, является минералообразование в высокотемпературном импактном газо-плазменном облаке. Именно здесь происходило ультрафракционирование их компонентов на атомарном уровне и образование индивидуальных частиц по схеме кластерной самосборки [8].

1. *Богатиков О.А., Горшков А.И., Мохов А.В., Карташов П.М., Ашихмина Н.А., Магазина Л.О.* ДАН, 2002, т.382, №3, с.371-373.
2. *Мохов А.В., Горностаева Т.А., Карташов П.М., Богатиков О.А.* ДАН, 2015, т. 465, №1, с. 87-90.
3. *Мохов А.В., Карташов П.М., Горностаева Т.А., Богатиков О.А.* ДАН, 2011, т. 441, №5, с. 670-673.
4. *Горностаева Т.А., Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А.* ДАН, 2014, т. 456, №1, с. 82-84.
5. *Мохов А.В., Карташов П.М., Горностаева Т.А., Богатиков О.А., Ашихмина Н.А.* ДАН, 2009, т. 429, №2, с. 244-248.
6. *Карташов П.М., Мохов А.В., Горностаева Т.А., Богатиков О.А., Ашихмина Н.А.* Петрология, 2010, т. 18, №2, с. 115-133.
7. *Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А. (ред. Бортников Н.С.)* Новые данные по минералогии Луны (Луна под микроскопом). М.: Наука, 2007. 128 с.
8. *Мохов А.В., Богатиков О.А., Карташов П.М. и др.* XV Российское совещание по экспериментальной минералогии. Сыктывкар, 2005, с. 86-87.

Микроструктурные особенности армированных брушитных и монетитных Са - фосфатных цементов

А.В. Кнотько, А.В. Ситанская, В.И. Путляев

МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991, г. Москва, Ленинские горы вл.1, стр. 3, Россия

Задачей исследования являлось установление физико-химических закономерностей формирования фазового состава, микроструктуры и свойств реакционно-твердеющих кальций-фосфатных цементов содержащих моногидрофосфаты кальция – монетит $CaHPO_4$ и/или брушит $CaHPO_4•2H_2O$. Это, как ожидается, поможет в создании нового класса резорбируемых высокопрочных материалов для заполнения обширных дефектов сложной формы, способных нести нагрузки, характерные для опорно-двигательного аппарата и к полной регенерации костной ткани в зоне имплантации.

Отдельный интерес представляет рассмотрение возможности использования α-$Ca_3(PO_4)_2$ в качестве твердой фазы, что является достаточно необычным приемом при получении кальций-фосфатных цементов, поскольку она обладает повышенной в сравнении с β-ТКФ реакционной способностью, что, как можно было ожидать, может уменьшать время схватывания цемента, однако α-ТКФ представляется привлекательным материалом с точки зрения механических характеристик получаемых композитов с его содержанием.

Средний фосфат кальция был синтезирован твердофазным методом по реакции $CaCO_3$ и $Ca_2P_2O_7$ при температурах 950^{o}C (10 часов, β-форма) и 1200^{o}C (6 часов, закалка, α-форма)

Схватывание цемента происходило при затворении стехиометрическим количеством 3М раствора H_3PO_4 по реакции:

$$Ca_3(PO_4)_2 + H_3PO_4 + xH_2O = 3CaHPO_4•xH_2O$$

Фазовый состав и микроструктура затвердевших цементов исследовались методами рентгенофазового анализа (РФА) и РЭМ, элементный состав (соотношение Ca/P) контролировался РСМА. Электронномикроскопические исследования проводились на микроскопе LEO SUPRA 50 VP во вторичных электронах в режиме низкого (40 Па N_2) вакуума при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для проведения РСМА был использован ЭД спектрометр X-MAX (Oxford Inst.), установленный на упомянутом микроскопе.

По данным РФА при использовании α-$Ca_3(PO4)_2$ полученный продукт этой реакции представлял собой преимущественно монетит ($CaHPO_4$) с примесью брушита ($CaHPO_4*2H_2O$), в то же время при использовании β-$Ca_3(PO_4)_2$ получается практически однофазный брушитный цемент. При этом, в отличие от ожидаемого из сопоставления химической активности фаз, в случае использования α-$Ca_3(PO_4)_2$ схватывание происходило суще-

ственное медленнее (десятки минут вместо секунд), причем на начальной стадии процесса кристаллизовался преимущественно брушит.

При этом микроструктурные исследования методом РЭМ позволяют четко отличить брушитные (относительно крупные пластинчатые частицы) и монетитные (примерно равноосные агломераты мелких зерен) участки цементных образцов.

Также в работе был проведен синтез фосфатных цементов, содержащих базальтовое стекловолокно промышленного производства (завод «Баск», Кемерово) и то же волокно, подвергнутое окислительному отжигу при 500°С на воздухе. Как было в предыдущих работах [1, 2], такой отжиг приводит к повышению основности поверхности волокна за счет диффузии подвижных катионов Na^+ или Ca^{2+} (соотношение катионных потоков определяется катионным составом волокна). Также использовалось упомянутое промышленное волокно, подвергнутое ионообменному литированию поверхности в насыщенном растворе $LiNO_3$. Методом РФА было показано, что введение исходного и окисленного волокна не приводило к заметным изменениям фазового состава цементной матрицы, тогда как использование литированного волокна заметно повышало содержание брушитной фазы с случае использования для получения цемента α-$Ca_3(PO_4)_2$.

Микроструктура контактной зоны волокна и цементной матрицы была исследована методом РЭМ с РСМА контролем элементного состава. Было показано достаточно хорошее покрытие введенного волокна как брушитными, так и монетиными фосфатными новообразованиями.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 15-29-04871 офи-м).

1. *R.F. Cooper, J.B. Fanselow, D. B. Poker*. Geochim.Cosmochim.Acta, 1996, 60, 3253-3265

2. *А.В. Кнотько, А.В. Гаршев, И.Б. Давыдова, В.И. Путляев, В.К. Иванов, Ю.Д. Третьяков.* Коррозия: материалы, защита, 2007, №3, 37-42.

АСМ-изучение изменений морфологии поверхности сульфидных минералов в процессах принудительного окисления

Е.В. Копорулина, И.Ж. Бунин, И.А. Хабарова

Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Россия

Неоднородность структуры и поверхностных свойств природных минералов оказывает существенное влияние на адсорбционные, физико-химические и флотационные свойства минеральных частиц [1]. Несмотря на многочисленные попытки изучения процесса окисления поверхности сульфидных минералов и форм закрепления флотационных реагентов на поверхности минералов с использованием современных инструментальных методов (см., например, [2, 3]), проблема направленного изменения физико-химических и технологических свойств сульфидов в технологии флотационного обогащения сульфидных руд остается крайне актуальной.

В докладе приводятся новые экспериментальные данные по сравнительному анализу механизмов формирования микро- и нанофаз на поверхности сульфидных минералов с различными полупроводниковыми свойствами (ширина запрещенной зоны: E_g(ZnS) – 0.37–0.4 эВ, E_g($CuFeS_2$) – 0.6 эВ, E_g(ZnS) – 3.7 эВ) в процессе принудительной агитации минералов в воде и при воздействия наносекундных импульсов высокого напряжения (МЭМИ [4]).

Анализ особенностей морфологии поверхности сульфидных минералов в результате окисления в воде (pH 6) и электромагнитной импульсной обработки в течение 10 с ($N_{имп.} \sim 10^3$) проводили с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ, микроскоп Ntegra Prima, NT-MDT, Зеленоград). Для формирования изображений в полуконтактном режиме на воздухе при комнатной температуре использовались зонды Т-образной конфигурации (TL02, Mikromash) с Al отражающим покрытием, резонансной частотой ~ 60 кГц и силовой константой ~3 Н/м. Радиус закругления иглы составлял 10 нм. Анализ особенностей рельефа проводился с применением программы SPIP (Image Metrology).

Микрорельеф исходной поверхности отполированных аншлифов характеризовался наличием царапин, вызванных механическим действием абразивных материалов при подготовке образцов. Участки между царапинами практически гладкие вплоть до минимальных размеров скана.

В результате взаимодействия молекул воды (pH 6) с поверхностью минералов в течение 60 мин морфология сформировавшихся на минеральной поверхности микро- и нанофаз существенно отличается для трех рассмотренных сульфидов. На халькопирите отмечен равномерный слой, состоящий из сравнительно крупных (порядка 40-60 нм) округлых новообразований, плотно прилегающих друг к другу (рис. 1а). В случае сфалерита можно говорить об отдельных группировках новообразований, разделенных протяженными участ-

ками практически неизмененной поверхности (рис. 1б). Средний размер частиц, образовавшихся на поверхности галенита и сфалерита, существенно меньше и, в среднем, составляет 23 нм и 16 нм соответственно (рис. 1в).

Обнаружены характерные отличия преобразований поверхности сульфидов при окислении в воде и воздействии МЭМИ. В частности, для галенита показано, что в результате электромагнитной импульсной обработки образца происходило формирование сравнительно однородного слоя из частиц (~30 нм), равномерно покрывающего исходную поверхность минерала (рис. 1г).

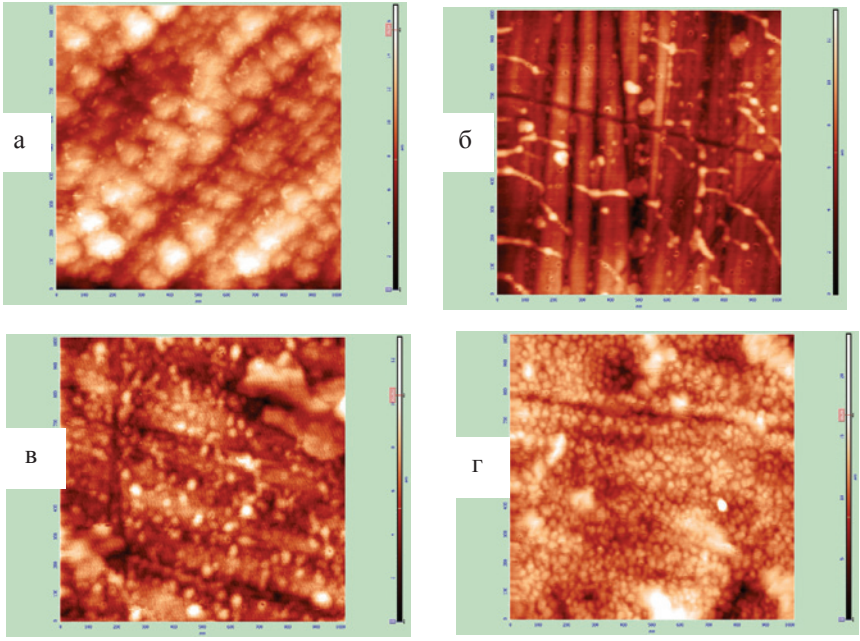


Рис. 1. Поверхность халькопирита (а), сфалерита (б) и галенита (в) после окисления в воде (а-в) и обработки МЭМИ (10 с) (г). Размер сканов 1х1 мкм.

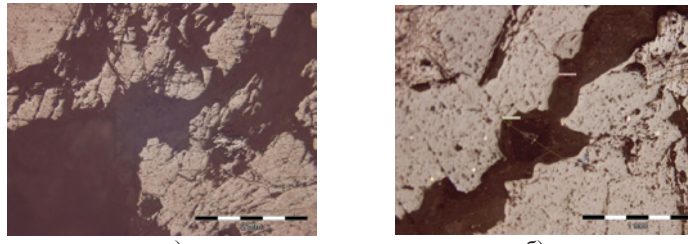
1. *В.А. Чантурия, Р.Ф. Шафеев.* Химия поверхностных явлений при флотации. М.: Недра, 1977, 191 с.
2. *R.St.C. Smart, J. Amarantidis, W. Skinner, et al.* Scanning Microscopy, 1998, 12, 4, 553-583.
3. *J. Zhang, W. Zhang.* Microscopy: Science, Technology, Applications and Education. A. Mendez-Vilas and J. Dias (Eds), 2010, 2028-2034.
4. *I.Zh. Bunin, V.A. Chanturiya, M.V. Ryazantseva, E.V. Koporulina, I.A. Khabarova*. Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics, 2015, 79, 6, 723-728.

Применение оптической, лазерной конфокальной и электронной микроскопии для изучения параметров трещин в граните

А.Н. Кочанов, Е.В. Копорулина

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем комплексного освоения недр РАН, 111020, г. Москва, Крюковский тупик, д.4

Разрушение твердых тел, в том числе и горных пород, характеризуется образованием и развитием трещин, изучение которых является предметом изучения физики прочности и материаловедения. Для оценки параметров трещин, образовавшихся в результате взрывного разрушения в граните, выполнены экспериментальные исследования с использованием оптической микроскопии (ОМ), растровой электронной микроскопии (РЭМ) и сканирующей конфокальной лазерной микроскопии (СКЛМ). Данные по ОМ приведены на рис. 1. Неровности берегов трещины и ее профиля свидетельствуют об изменении ее скорости распространения, которое связано с формированием зоны локализации разрушения и последующим скачкообразным продвижением. Максимальная глубина трещины по данным СКЛМ составляет ~10 мкм при ширине ~ 445 мкм (рис.2). С помощью РЭМ получены изображения трещины и ее рельефа на разных масштабных уровнях (рис.3, 4). Поверхность трещины структурирована, на фоне полированной поверхности гранита отчетливо проявляется ее ребристость. Установлено, что ширина трещины достигает своего максимума на некотором расстоянии от центра взрыва, что важно для уточнения механизма взрывного разрушения.



а) б)

Рис. 1. Фрагмент трещины по данным ОМ: а) непосредственно вблизи центра взрыва; б) на некотором удалении от него.

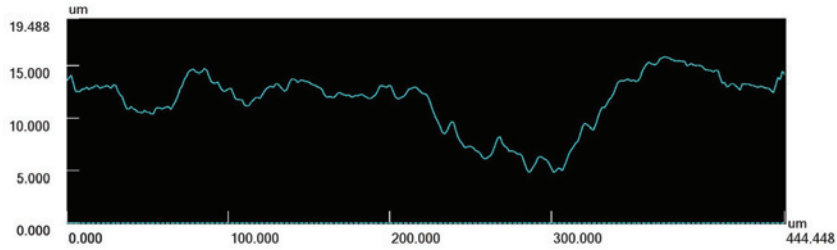
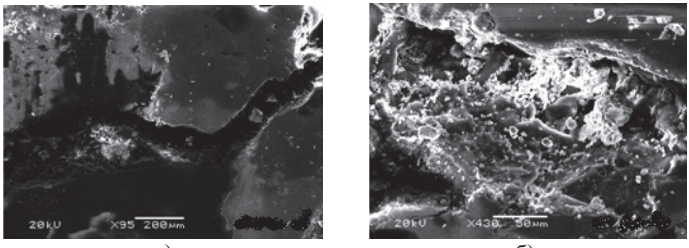
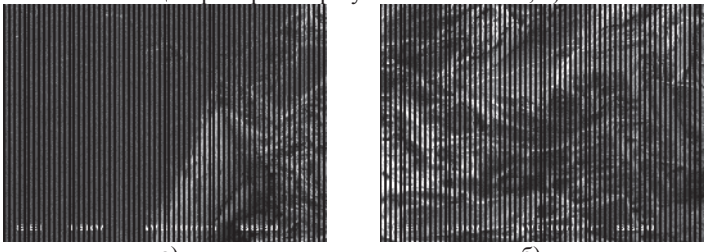


Рис.2 Оценка значений глубины трещины с помощью СКЛМ



а) б)

Рис. 3. Изображения РЭМ (JSM 5910-LV) фрагмента трещины непосредственно вблизи центра взрыва при увеличении: 45^x ; б) 430^x .



а) б)

Рис.4. Изображения РЭМ (JSM 6610-LV) фрагмента трещины и рельефа ее поверхности при увеличении: а) 95^x ; б) 400^x .

Методы ОМ, СКЛМ и РЭМ при решении данной задачи гармонично дополняют друг друга, а полученные результаты имеют значение для понимания механизмов формирования и развития трещин как 3D объектов при деформировании и разрушении материалов.

Особенности нефтенасыщения порового пространства карбонатных пород

В.А.Кузьмин

Институт проблем нефти и газа РАН (ИПНГ РАН), г. Москва, ул. Губкина 3

Известно, что при разработке месторождений нефтеотдача в значительной степени зависит от структуры порового пространства, которая влияет на особенности заполнения водой и углеводородами поровых объемов пород. Считается, что в нефтенасыщенных гидрофильных породах нефть, являясь не смачивающей фазой, занимает центральную часть более крупных пор, в то время как субкапиллярное поровое пространство полностью насыщенно водой. Такое модельное представление является, повидимому, верным в случае миграции нефти из нефтематеринских пород. Однако, в последние годы в литературе приводятся данные о возможности генерации углеводородов непосредственно в карбонатных породах биогенного происхождения и формировании месторождения без миграции из них углеводородов. Кроме этого приводятся теоретические обоснования возможности выделения компонентов матричной нефти в субкапиллярное поровое пространство [1]. Это существенно меняет взгляды на микроструктурный характер насыщения порового пространства нефтью и влияния различных факторов на нефтеотдачу в карбонатных коллекторах.

В связи с этим, было изучено распределение нефти в поровом пространстве нефтенасыщенной породы прямым методом наблюдения в электронном микроскопе (in sito). Исследования проводились в РЭМ с автоэмиссионным источником LEO SUPRA 50VP (Carl Zeiss) снабженным энергодисперсионным спектрометром INCA ENERDGY (фирма Oxford Instruments), в низковакуумном режиме (приблизительно 1500-2000 па). Были изучены породы из пермско-каменноугольных отложений Усинского месторождения Тимано-Печорской нефтегазоносной провинции, насыщенных очень высоковязкой нефтью. Образцы были отобраны из продуктивных отложений нефтяной залежи, которая представлена сложнопостроенными карбонатными коллекторами. В процессе исследования микростроение насыщенных пород сопоставлялось с миркростроением образцов отмытых от нефти.

Изучение в РЭМ показало, что распределение нефтяной, и следовательно водной фазы в поровом пространстве имеет более сложных характер, чем это принято в классическом понимании. Было установлено, что в карбонатных породах субкапиллярное поровое пространство, имеющее размерность поровых каналов менее 0,2-0,1 мкм может быть заполнено нефтью. На рисунке 1 показаны РЭМ- изображения микростроения из-

вестняка с субкапиллярным поровым пространством, заполненного нефтью (для сравнения показана аналогичная порода без нефтенасыщения). Заполнение субкапиллярных поровых объемов нефтью в карбонатных коллекторах, означает наличие неучтенных запасов нефти, расширяющих ресурсную базу месторождения. Эти дополнительные объемы углеводородов с развитием современных методов извлечения высоковязких нефтей, в частности с применением растворителей в перспективе могут извлекаться.

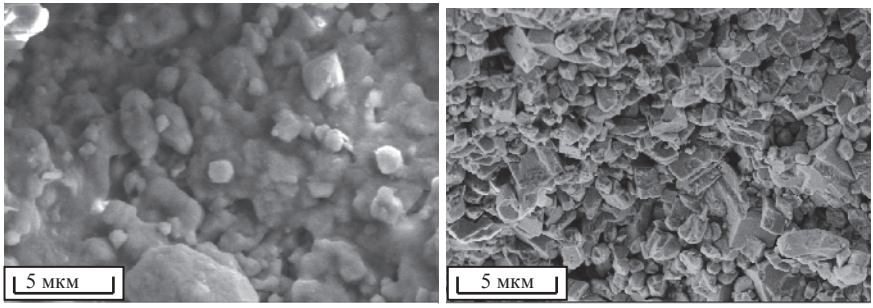


Рис.1. Микростороение известняка с субкапиллярным поровым пространством насыщенным нефтью. Аналогичная порода без нефтенасыщения.

1. *Н.А Скибицкая, Р.С. Хисамов, В.Г. Базаревская и др.* Закономерности катагенетического преобразования пород и органического вещества, в карбонатных нефтегазоматеринских продуктивных отложениях (на примере Димитровского ГНМ и Оренбургского НГКМ // Материалы международной конференции «Особенности разведки и разработки месторождений нетрадиционных углеводородов». Изд-во «Ихлас» 2015, с.276-281

Разработка классификационных признаков пород-коллекторов нефти и газа с учетом микроструктурных параметров порового пространства

В.А. Кузьмин

Институт проблем нефти и газа РАН (ИПНГ РАН), г. Москва, ул. Губкина 3

При разработке классификационных признаков коллекторов нефти и газа, основанных на микроструктурных особенностях порового пространства, необходимо учитывать не только размерную порометрию, но также и геометрию флюидопроводного порового пространства [1]. Это связано с тем, что форма пустот в породе является очень сложной и имеются трудности в ее формализации. Проведенные исследования показали, что удовлетворительную формализацию можно осуществить на основе статистических подсчетов проведенных в РЭМ. Изучение пород-коллекторов из различных месторождений позволило разработать следующие классификационные признаки необходимые для объединения пород по группам: характер кривой (гистограммы) распределения пор по размерам; координационное число, показывающее количественное соотношение пор и каналов, а также отношение среднего диаметра пор к среднему диаметру каналов. Как показали исследования, именно эти признаки в значительной мере определяют количество структурно защемленной остаточной нефти в породе при разработке.

Для получения необходимых данных была использована катодолюминесцентная методика изучения пород в РЭМ [2]. Гистограммы распределения пор по размерам рассчитывались, на основе массива данных измерений площадей сечений пор и поровых каналов на плоскости аншлифа. При формализации размеров пор и каналов основным параметром являлась площадь сечения поры, значение которой использовалось для пересчета в равновеликий по площади круг. Диаметр этого круга (эквивалентный диаметр) формально считается размером данной поры. Расчет координационного числа производился на основе модельных представлений порового пространства как системы пор и соединяющих их каналов. При этом для расчетов используется реальная проницаемость пористой системы полученной на этом образце лабораторным (петрофизическим) методом. Это позволяет на основе разработанных алгоритмов рассчитать средние диаметры пор и средние диаметры каналов и определить среднее по образцу отношение диаметров пор к диаметру каналов ($d_{пор}/d_{кан.}$).

На рис. 1 показан пример изображения сечений пор и поровых каналов на аншлифе в катодолюминесцентном режиме РЭМ. Компьютерная обработка таких изображений позволяет получить статистику микрострук-

турных параметров пор - средних величин площадей и периметров, процент просветности, количества пор на единицу поверхности, количества трещин, координационное число, теоретическое значение проницаемости и др. Таким образом, имеется возможность выделять классификационные признаки пород–коллекторов с учетом особенностей строения порового пространства.

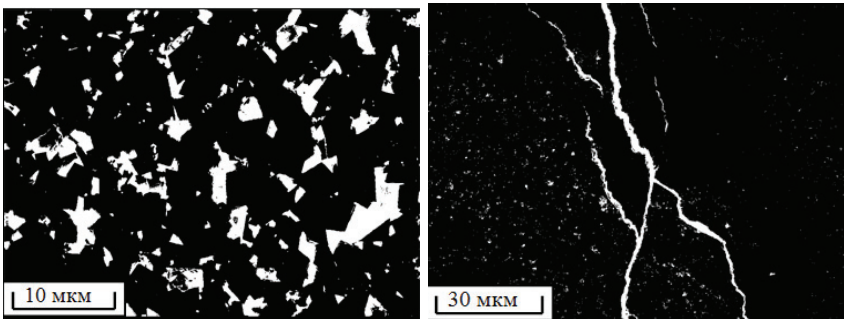


Рис. 1. Катодолюминесценция в РЭМ. Пример изображения порового пространства доломитизированного известняка: а-Поры; б- Микротрещины.

1. *Кузьмин В.А., Скибицкая Н.А.* //XIX-й Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ - 2015). Г.Черноголовка. Изд .«Богородский печатник». 2015, с.438-439

2. *Kuzmin V.A.* // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2007. Vol. 1, N. 6. P. 687–690.

Комплексное изучение СЭМ и ПЭМ ультрадисперсной фракции лунного реголита

А.В. Мохов

ИГЕМ РАН, г. Москва, Старомонетный, 35

В настоящее время Луна является наиболее изученным после Земли планетным телом. Пик интереса к сравнительному изучению Земли и Луны приходился на 1970-е годы, когда Советским Союзом и США были осуществлены крупномасштабные космические проекты. В результате полетов 6-ти американских пилотируемых кораблей - Аполлон-11, 12, 14, 15, 16 и 17 (1969-1972 гг.) и 3-х советских автоматических возвращаемых станций - Луна-16, 20 и 24 (1970-1976 гг.) на Землю было доставлено порядка 380 кг лунного вещества, из которых около 325 грамм - отечественными космическими аппаратами. С тех пор началось планомерное изучение лунного вещества - образцов горных пород и грунта (реголита) с поверхности Луны.

Сразу после получения первых образцов лунного материала в лучших лабораториях мира начались детальные его исследования с привлечением самой современной на тот момент аппаратуры, где далеко не последнюю роль играла электронная микроскопия. К концу 70-х годов было определено менее двух сотен лунных минералов имеющих своих земных аналогов, большая часть из которых была описана в обобщающем справочнике Дж. Фрондел [1]. Четыре минерала неизвестные к тому моменту на Земле, были открыты впервые: армолколит, пироксферроит, транквиллитит и иошиокаит.

Отсутствие нового минерального материала с Луны привело к практически полному снижению интереса к вопросам минералогии ближайшего Земного соседа. И лишь в последние годы 20-го века развитие аналитической аппаратуры обладающей более высокой чувствительностью и разрешением послужило побудительной причиной возобновления изучения минералов Луны.

К исследованиям по этой тематике в ИГЕМ РАН были привлечены SEM JSM-5610LV с EDS INCA-450 и TEM JEM-2100 с SDD INCA IETEM 250, что обеспечило субмикронную и наноразмерную локальность. За 15 лет обнаружено 102 новые для Луны минеральные фазы, 43 из которых ранее в природе не встречались. Комплексное использование современных приёмов пробоподготовки и съёмки на SEM и TEM хорошо видно на примере изучения самородного Mo.

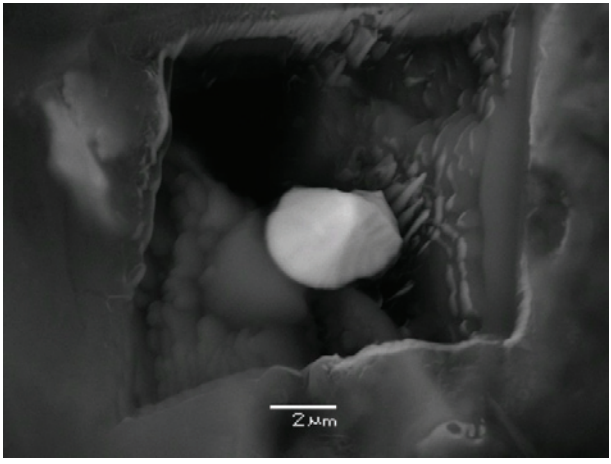


Рис. 1. Самородный Mo, вскрытый ионным пучком в лунном стекле.

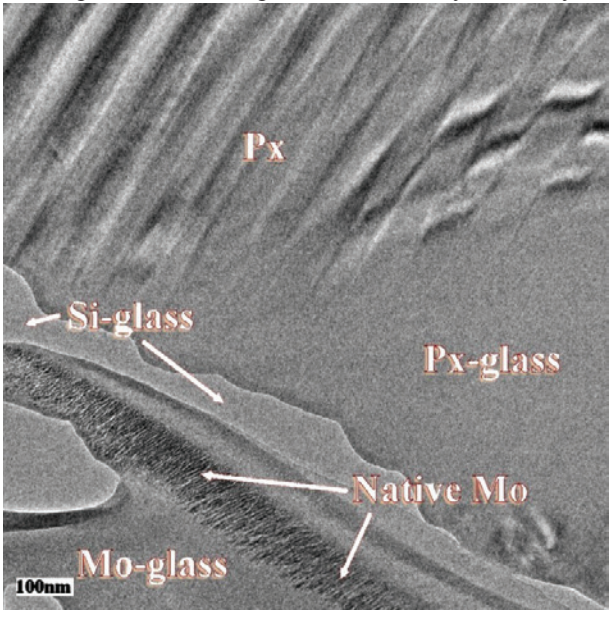


Рис. 2. Ламель, вырезанная из лунного стекла, содержащего плёнку самородного Mo.

1. *Frondel J.W.* Lunar Mineralogy. 1975. New York. Wiley-Interscience. 332 p.

Особенности РСМА и РЭМ при поиске и изучении состава минералов, содержащих редкие и благородные металлы в рудах разного типа

Л.А. Павлова, В.В. Татаринов

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, г. Иркутск, Россия

Большинство серебряных месторождений, особенно крупных и уникальных, это сложные образования, формирование которых охватывает длительные интервалы времени, где совмещаются в пространстве разные типы руд. Серебряные месторождения этой территории относятся, в основном, к эпитермальной золото-серебряной (Au-Ag) и серебро-полиметаллической (Ag-Pb) формации руд [1]. В работе выявлены минералы серебра (рис 1): гипергенный аргентит-акантит (а), самородное серебро (*б*), аргентит(в) (белое) в магнетите (серое), сфалерит(г) (серое) в аргентите (белое), аргентит (д) (белое) с включением пирита (серое), срастание (е) аргентита (белое) с пиритом (серое), халькопирит (серое) в оторочке каплевидных зерен (ж) штернбергита и самородного серебра, срастание (з) пираргирита (светло-серое) и аргентита (серое). Сульфиды серебра в разной степени корродированны.

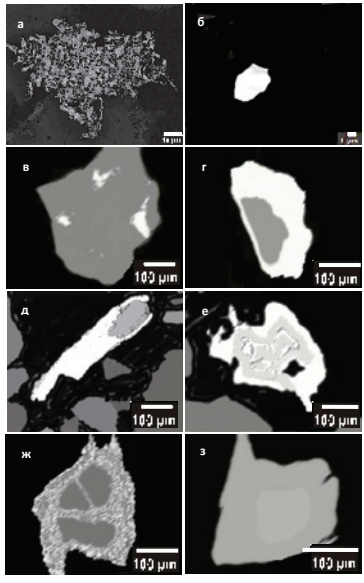


Рис. 1. Формы нахождения серебра.

Интерметаллические соединения серебра с золотом (кюстелит) встречаются крайне редко в виде очень мелких зерен. При исследовании Au-Ag месторождений последнее время основное внимание и у нас, и за рубежом уделялось тонкодисперсному невидимому золоту в сульфидных минералах [2]. Полученные нами данные указывают на существование, как минимум, коллоиднодисперсной и так называемой “связанной” с сульфидами (сорбционной? структурной?) формы золота. На рис. 2 показаны зерна сульфида железа, кварца и гидроксида железа, содержащие “невидимые” включения золота.

Минералы элементов платиновой группы (ЭПГ) являются дополнительными индикаторами генезиса как ультрабазитов, так и сульфидно-

никелевых руд с ними связанных. Кроме того, их присутствие значительно повышает экономическую значимость оруденения. Возрастающая потребность в металлах ЭПГ требует детального изучения известных месторождений и создания критериев для открытия новых. Изучались минералы ЭПГ в медно-никелевом оруденении Ийско-Кукшерского прогиба [3].

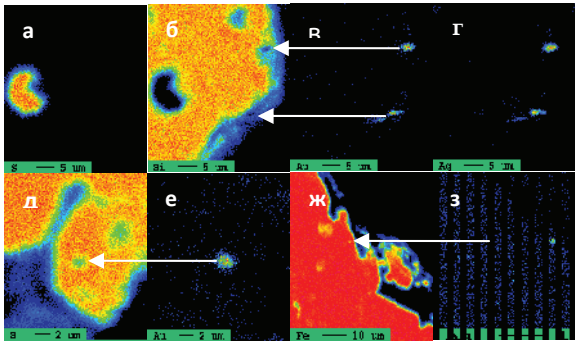


Рис. 2. Изображение поверхности зерен кварца (а-г), сульфида железа (д-е) и гидроксида железа(ж-з) в рентгеновских лучах SiKα-; AuMα-; AgLα-; FeKα-, SKα-; с "невидимыми" включениями золота.

Материалом для исследования служили аншлифы сидеронитовой руды. Массив Желос, где и были впервые обнаружены минералы ЭПГ, сложен серией пород, меняющих свой состав от лерцолитов до оливиновых пироксенитов.В результате были обнаружены минералы ЭПГ, характерные для медно-никелевых месторождений, и ряд редких минералов, которые позволяют по-новому взглянуть на источник и генезис оруденения (рис. 3).

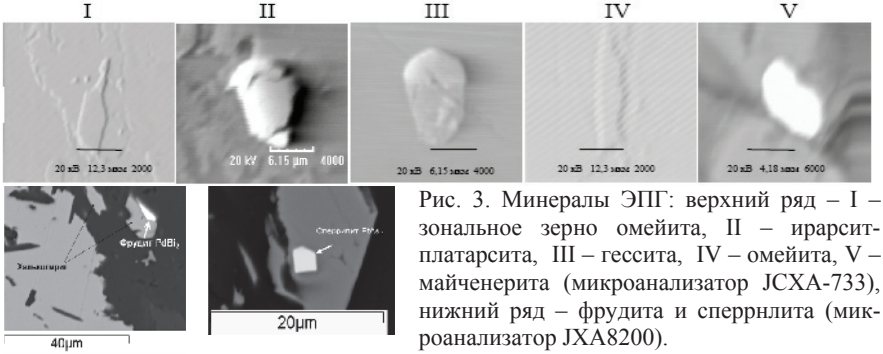


Рис. 3. Минералы ЭПГ: верхний ряд – I – зональное зерно омейита, II – ирарсит-платарсита, III – гессита, IV – омейита, V – майченерита (микроанализатор JCXA-733), нижний ряд – фрудита и сперрнлита (микроанализатор JXA8200).

Изучение редких и благородных металлов проводили на рентгеноспектральных микроанализаторах JCXA-733 и JXA-8200 (JEOL Ltd, Япония).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 14-05-90003Бел_а, № 14-05-00361 А, № 15-05-08843 А).

1. *Р.Г. Кравцова, Л.А. Павлова, Ю.И.Рогозина.* Геохимия, 2010, № 7, 779-784.
2. Р. Г. Кравцова, В. Л. Таусон, Е. М. Никитенко. *Геохимия, 2015, № 11, 991–999.*
3. *А.С. Мехоношин, Т.Б. Колотилина.* Руды и металлы, 2006, № 6, 26-30.

Исследование кварцитов промышленного типа на микроанализаторе JXA8200

Л.А. Павлова, Т.В. Демина, А.М. Махлянова

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, 664033, г. Иркутск, Россия

Высокотехнологичные производства, активно использующие химически чистое кварцевое стекло (микроэлектроника, светотехника, волоконно-оптическая и полупроводниковая области) все более ужесточают требования к качеству крупки и особо чистому кварцевому концентрату (ОЧК), лимитируя суммарное содержание элементов-примесей на уровне 10-20 ppm. Задача обеспечения промышленности высококачественными кварцевыми концентратами (особо чистым кварцем) остается актуальной и в настоящее время. Необходима оперативная переоценка ресурсов и запасов природного кварцевого сырья, пригодного для получения ОЧК [1].

Изучение кварцитов проводили на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе JXA-8200 (JEOL Ltd, Япония), используя волновые и энергодисперсионный спектрометры. Кварциты готовили для исследования в виде полированных шлифов. Проводимость поверхности обеспечивали вакуумным напылением углерода.

Изучение поверхности кварцитов в режиме электронного микроскопа при разных условиях яркости и контрастности позволило установить области разной цветности (рис.1.).

В работе рассматриваются кварциты промышленного типа месторождений Кыштымское (Южный Урал), Бодайбинского района (Чипикетской группы) и Бурал-Сарьдагское (Восточный Саян). Исследовано кварцевое сырье трех типов: гранулированный жильный кварц, суперкварцит и мелкозернистый кварцит.

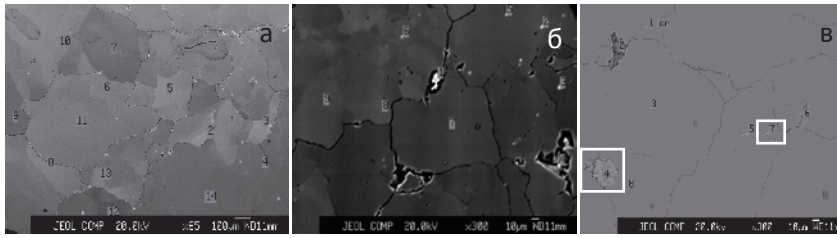
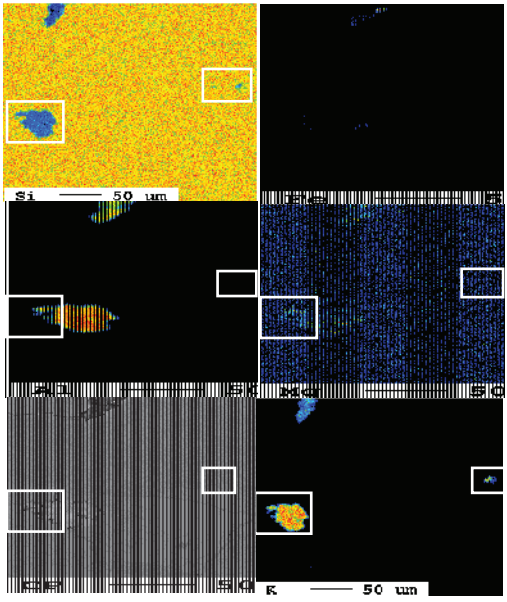


Рис. 1. Изображение поверхности кварцитов в обратно рассеянных электронах (а - Кыштымское месторождение (Южный Урал); б, в - кварцит месторождения Бурал-Сарьдаг). Цифрами обозначены точки определения состава.

Идентификация примесных фаз в промышленных типах кварцитов, даже на качественном уровне, играет важную роль в разработке и подборе оптимальных схем обогащения и глубокой переработки природного кварца.



Распознавание состава инородных микровключений в кварцитах позволит решить проблему их удаления уже на конкретных стадиях технологической обработки.

Из приконтактовой зоны с интрузией в районе месторождения Бурал-Сарьдаг изучена углерод-силикат-амфиболовая порода, в составе которой амфибол, опал,

Рис. 1. Распределение элементов-примеси на поверхности кварцита место-рождения Бурал-Сарьдаг.

углеродистое вещество и примесь кварца, полевого шпата, кордиерита. На рис. 3 показаны области этой породы в обратно рассеянных электронах и проходящем свете, где видны опалы, кварц и амфиболы.

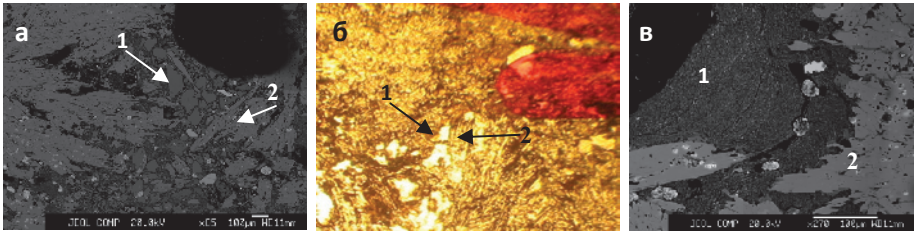


Рис. 3. Изображение поверхностей углерод-силикат-амфиболовой породы в обратно рассеянных электронах (а, в) и проходящем свете (б): 1 – опал, 2 – амфибол.

1. *Н.Г. Быдтаева, Р.А. Киселева, И.М. Милеева* Предварительная оценка качества кварцевого сырья с целью прогноза его технологических показателей В кн.: В.В. Щипцов Результаты фундаментальных и прикладных исследований по разработке методик технологической оценки руд металлов и промышленных минералов на ранних стадиях геологоразведочных работ. Петрозаводск: КарНЦ РАН, 2006. - 166с.

Применение методов электронной микроскопии при исследовании деградации консервирующих матриц на основе алюмо-фосфатного стекла

А.М. Первухина[1]

1 Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН (ИГЕМ РАН), Старомонетный пер., 35, 119017, г. Москва, Россия

В настоящее время накоплены большие объемы радиоактивных отходов (РАО), которые необходимо нейтрализовать. На данный момент в мире произведено 400000 т отработанного ядерного топлива (ОЯТ), в России – 30000 т ОЯТ, только четверть переработана.

Основным способом иммобилизации является размещение РАО в подземных хранилищах по принципу мультибарьерной защиты, согласно которому изоляция РАО обеспечивается с помощью системы инженерных и естественных барьеров. Одним из инженерных барьеров является консервирующая матрица, предназначенная для иммобилизации радионуклидов при проникновении в хранилище подземных вод. Самый распространенный вид матриц, использовавшихся в СССР, а затем в России – матрицы на основе алюмо-фосфатных стекол.

В работе использовано стекло, загруженное нерадиоактивными изотопами U, Sr, Ce и нерадиоактивными имитаторами актинидов. Состав близок к составу стекол, используемых на производственном объединении «Маяк».

Показателем стабильности консервирующей матрицы является ее устойчивость к выщелачиванию радионуклидов. Для оценки устойчивости проведены эксперименты по выдержке алюмо-фосфатных стекол при 300°С в течение 1 суток при нулевой влажности и при наличии водяных паров. Результаты экспериментов изучены с помощью методов сканирующей электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп JSM-5610LV со спектрометром INCA-450).

По результатам эксперимента, имитирующего хранение матриц без доступа влаги, получено плотное гомогенное стекло (рис. 1). Однако в случае нарушения условий хранения или разрушения контейнера, возможно попадание влаги. Этот вариант также смоделирован нагревом при наличии паров воды. В этом случае стекло разрушилось с выделением ряда кристаллических фаз (рис 2.). Диагностированы следующие фазы: монацит (Ce,Nd)PO4, алюмофосфат группы бразилианита NaAl3(PO4)2(OH)4, алюмофосфат группы вардита NaAl3(PO4)2(OH)4*2H2O, цезиевый уранофосфат Cs2UO2P2O7.

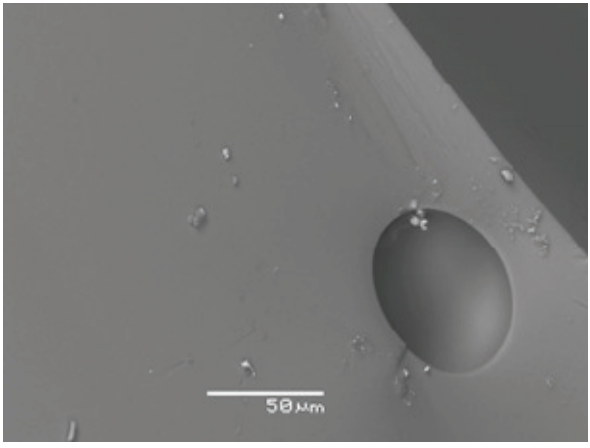


Рис. 1. Нагрев стекла без доступа влаги.

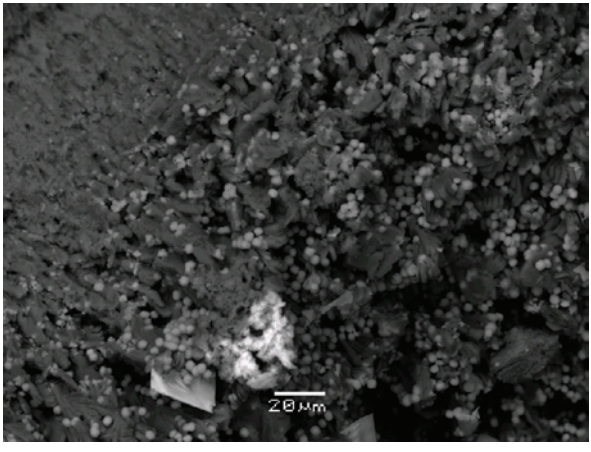


Рис. 2. Нагрев стекла при наличии влаги.

По результатам эксперимента можно сказать, что наличие влаги приводит к катастрофическому разрушению консервирующей матрицы.

Трёхмерная микроструктура керогена пород баженовской свиты

Е.Б. Пичкур[1,2], А.А. Михуткин[1], А.Л. Васильев[1], М.Ю.Спасенных[3]

1. Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия.
2. Московский физико-технический институт (государственный университет), г. Долгопрудный, Московская обл., Россия
3. Сколковский институт науки и технологии, Центр добычи углеводородов, г.Москва, Россия

Применение современных методов растровой электронной микроскопии (РЭМ), просвечивающей/растровой электронной микроскопии (П/РЭМ) и микроанализа (МА) к исследованию сланцев дает возможность исследовать состав образца, в частности, «органопористость», распределение керогена в них, а также оценить параметры пористости [1]. Причем определение состава образца и характеризация пор в органических включениях в диапазоне менее 100 нм возможно только методами П/РЭМ и МА. Для полноты картины исследования необходимо объединение этих методов с рентгенофазовым анализом, рентгеновской и электронно-ионной томографией.

В настоящей работе на примере образцов нефтеносных пород баженовской свиты приведены возможности исследования микроструктуры и численные оценки параметров органических включений в породу и пустотного пространства,полученные при исследованиях в двухлучевых ФИП-РЭМ Helios NanoLab 600 и FEI Scios (оба FEI, США) с привлечением П/РЭМ Titan 80-300 и Tecnai Osiris (оба FEI, США). Поиск органического вещества осуществлялось элементным картирование шлифов кернов, затем в местах скопления методами фокусированного ионного пучка вырезался образец для просвечивающей электронной микроскопии или методом “slice &view”, позволяющим в дальнейшем провести трехмерную реконструкция объема образца. В работе показаны возможности трехмерной реконструкции пористых областей керогена с разрешением менее 0.2 мкм с дальнейшей оценкой пустотного пространства с разрешением менее 10 нм. Для постобработки изображений использовалось ПО Amira (FEI) и ImageJ. Все эти методы позволяют восстановить многомасштабную трехмерную картину, характеризующую микроструктуру и состав образцов.

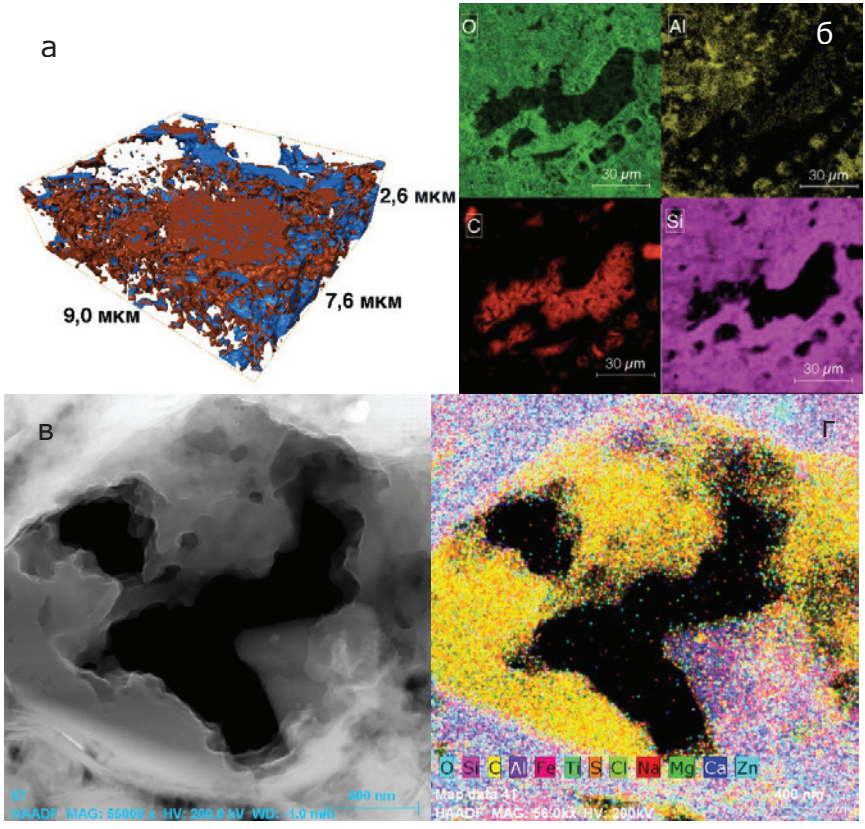


Рис.1. а.) Результат трехмерной реконструкции микроструктуры породы баженовской свиты. Синим выделено пустотное пространство, коричневым – органическое вещество. б.) Элементное картирование шлифа породы в РЭМ. (показаны характерные для образца элементы) в.) Светлопольное ПЭМ изображение поры в керогене. г.) элементное картирование в ПЭМ позволяет сделать вывод о присутствии органического вещества.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, шифр проекта RFMEFI58114X0008. Исследования частично выполнены на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС- технологий НИЦ “Курчатовский институт”.

1. *Bernard, S., Wirth, R., Schreiber, A., et al.* M102-Electron Microscopy of Shale Hydrocarbon Reserv. Ed. AAPG. 2013 p.53.

Определение методами СЭМ форм накопления загрязнителей в заливе Седова (о. Северный, арх. Новая Земля)

М.А. Сидорова

ИГЕМРАН, 119017, Москва, Старомонетный пер., 35, Россия

В рамках программы освоения Арктики большое внимание уделяется оценке степени загрязнений территорий и их рекультивации. В том числе изучается ситуация на архипелаге Новая Земля с целью определения степени радиоактивного загрязнения. Радиоэкологическая обстановка на островах и прилегающих акваториях обусловлена последствиями ядерных взрывов и сбросами в воду радиоактивных продуктов. В 1955-1990 годах на полигоне было произведено 132 ядерных взрыва, в том числе 87 атмосферных, 3 подводных и 42 подземных. В связи с этим большое количество радиоактивных продуктов попало на сушу и в воду. В последующие годы значительная часть осадков оказалась перенесена в прилегающие воды и попала в отложения прибрежной части заливов. Колонки грунта, поднятые в прибрежной части акватории залива Седова, структурированы по вертикали и имеют отчётливые пики радиоактивности, отвечающие времени проведения ядерных взрывов. Хотя уровни радиоактивности и незначительны, несомненный интерес представляют формы выделения радиогенных компонентов. С этой целью начато исследование методами аналитической СЭМ (JSM-5610+INCA-450) проб, взятых на различных глубинах колонки грунта из залива Седова.

Изучение начато с пробы, отобранной с глубины 6-7 сантиметров по колонки станции АМК-5243, имеющей максимальную удельную активность 15 Бк/кг. В результате исследования было установлено, что проба представлена в основном глинистым материалом (хлоритом и иллитом), а так же кварцем и полевым шпатом. Среди более тяжёлых минеральных фаз диагностирован лишь природный фосфат редких земель- монацит двух слегка различающихся по составу модификаций. Других фаз, содержащих потенциально радиогенные элементы, не выявлено. Таким образом, можно заключить, что эти элементы адсорбированы глинистым материалом и, видимо, не образуют самостоятельных фаз. В дальнейшем изучение других проб грунта, отобранных в заливе Седова, будет продолжено.

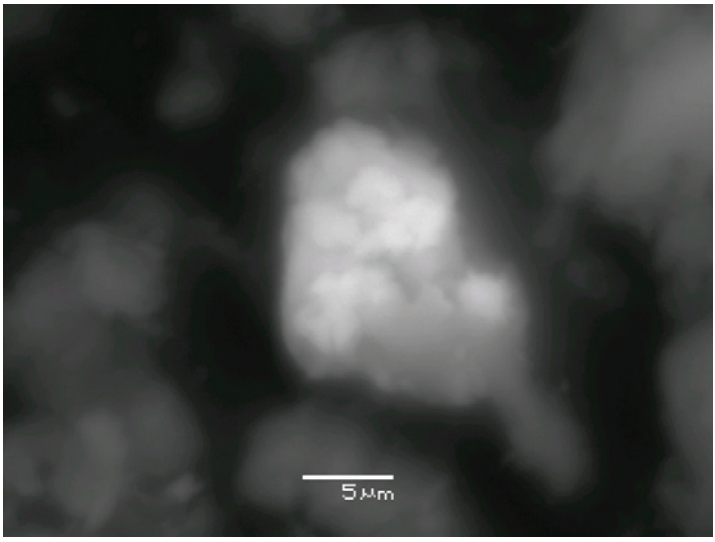


Рис. 1. Монацит среди глинистых минералов. Отражённые электроны.

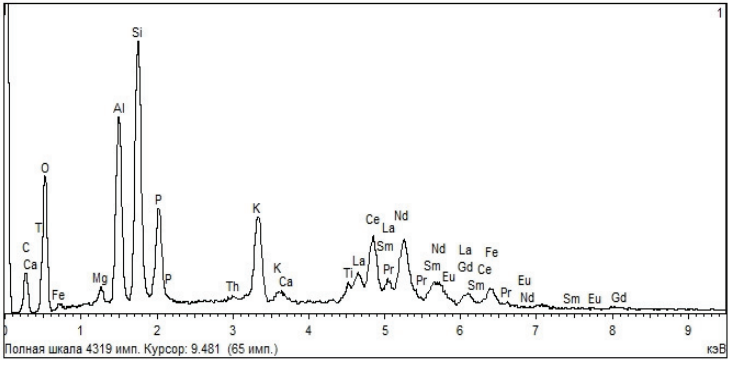


Рис. 2. ЭДС-спектр монацита с захватом глинистых минералов.

Исследование микроструктуры полиблочных силоксановых блок-сополимеров с различным распределением размеров диметилсилоксановых блоков

О.В. Синицына, Н.В. Черкун, А.А. Бурмистров, К.Л. Болдырев, И.О. Волков, И.В. Яминский, Б.Г. Завин, Е.М. Белавцева

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова Российской академии наук (ИНЭОС РАН), 119991, ГСП-1, Москва, В-334, Ул. Вавилова, 28.

Изучена морфология полиблочных силоксановых блок-сополимеров (БСП) формулы:

$$\left\{\left(\sim\!\!\sim Me_2SiO\sim\!\!\sim\right)_n[RSiO_{1,5}]_{m-a}[RSi(O)OH]_a\right\}_x \quad \text{где } R = \begin{matrix} Me & \textbf{БСП (1)} \\ Ph & \textbf{БСП (2)} \end{matrix}$$

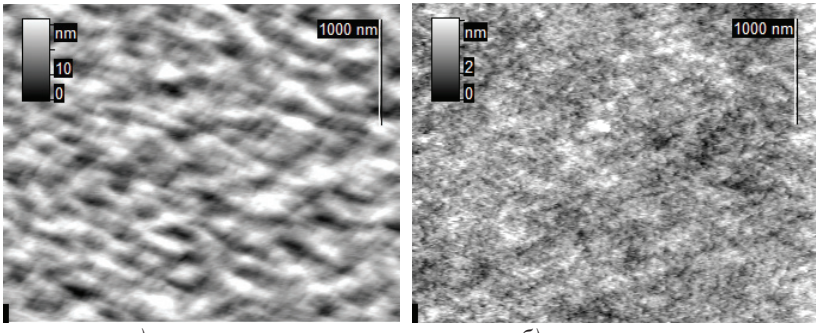
Макромолекулы этих БСП построены из чередующихся силоксановых блоков - «гибких» (диоргано)силоксановых блоков линейного строения и «жестких» полициклических органосилсесквиоксановых блоков. Вследствие несовместимости «гибких» и «жёстких» блоков различной природы, морфология указанных полимеров специфическим образом зависит не только от соотношений размеров разнородных блоков в структуре БСП, но и от способа формирования макромолекул. Это предопределяет уникальные свойства полимерных матриц, получаемых на основе силоксановых БСП, в том числе -(повышенную механическую прочность, высокую газопроницаемость, хорошую стойкость к окислению на воздухе, устойчивость к воздействию радиации и др.

Изученные образцы БСП представляли собой полимерные пленки, полученные на основе:

- БСП (1) сшитого при взаимодействии с γ-аминопропилтриэтоксисиланом (или катализатором отверждения К-18);
- БСП (2) сшитого при взаимодействии с γ-аминопропилтриэтоксисиланом.

Изучение морфологии поверхности образцов проводилось с использованием атомно-силового микроскопа «ФемтоСкан» (Россия) и сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения «Tescan Mira LMU» (Чехия). В работе найдено, что сшитые БСП (1) и БСП(2) образуют гладкие пленки, состоящие из глобул (Рис. 1). Диаметр и высота агрегатов глобул в образце на основе БСП(1) составляет 150±20 нм и 3.3±1.2 нм соответственно. В пленках на основе БСП (2) рельеф поверхности слабо различим, диаметр агрегатов глобул составляет около 50 нм. Пленки на основе БСП (2)

характеризуются значительно меньшей среднеквадратичной шероховатостью (Rq) 1-2 нм, чем образец на основе БСП (1) (Rq ~ 7 нм). Данные сканирующей электронной микроскопии согласуются с данными атомно-силовой микроскопии.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения АСМ: а) БСП (1); б) БСП(2).

По-видимому, такие особенности рельефа поверхности пленок определяются как химическим составом исходных БСП, так и соотношением «гибких» линейных и «жестких» полициклических силоксановых блоков.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 15-03-05235 А.

Электронно-микроскопические исследования ОВ в карбонатных породах - коллекторах нефти и газа

Н.А. Скибицкая, В.А. Кузьмин, В.В. Судьин

Институт проблем нефти и газа РАН (ИПНГ РАН), г. Москва, ул. Губкина 3

Изучение органического вещества (ОВ) в породах- коллекторах нефти и газа является важным направлением нефтегазовой геологии, поскольку оно связано с проблемами извлечения из недр углеводородного сырья. Существующие методы исследования форм нахождения ОВ в породах основаны на применении светового микроскопа для изучения шлифов. Однако, ОВ в породах часто встречается в рассеянном виде и имеет очень дисперсное состояние. Размер частиц некоторых компонентов ОВ, таких как кероген или асфальтены могут быть менее 1 мкм, поэтому, в ряде случаев более информативны электронно-микроскопические методы. Нами для изучения ОВ на сколах образцов пород применялся РЭМ, Zeiss NVision 40 с разрешением 1.1 нм при 20 кВ.

При изучении на поверхности сколов образцов частиц имеющих углеводородный состав, возникают проблемы связанные с их идентификацией. Причиной этого, как было выяснено, является некоторая морфологическая идентичность частиц ОВ с породообразующими компонентами на малых увеличениях. При больших увеличениях такие частицы также трудно обнаруживаются из-за очень малой площади обзора. Кроме этого очень мелкие частицы не могут быть идентифицированы по элементному углерод-водородному составу, так как на увеличениях более 10000 крат при анализе на углерод возникает значительная фоновая ошибка из-за карбонатного состава породы. В связи с этим, нами была отработана методика, позволяющая быстро идентифицировать такие частицы, которая заключается в использовании режима обратнорассеянных электронов - (BCE). Метод позволяет быстро обнаруживать такие частицы и в дальнейшем для морфологического анализа использовать режим « вторичные электроны» (SE2).

На рис.1 показано изображение частицы керогена на поверхности скола образца. Как видно, на изображении в упругих электронах частица хорошо контрастирует на фоне матрицы известняка имеющего $CaMg(CO_3)$ состав. Для сравнения также приведено изображение этой частицы во «вторичных электронах».

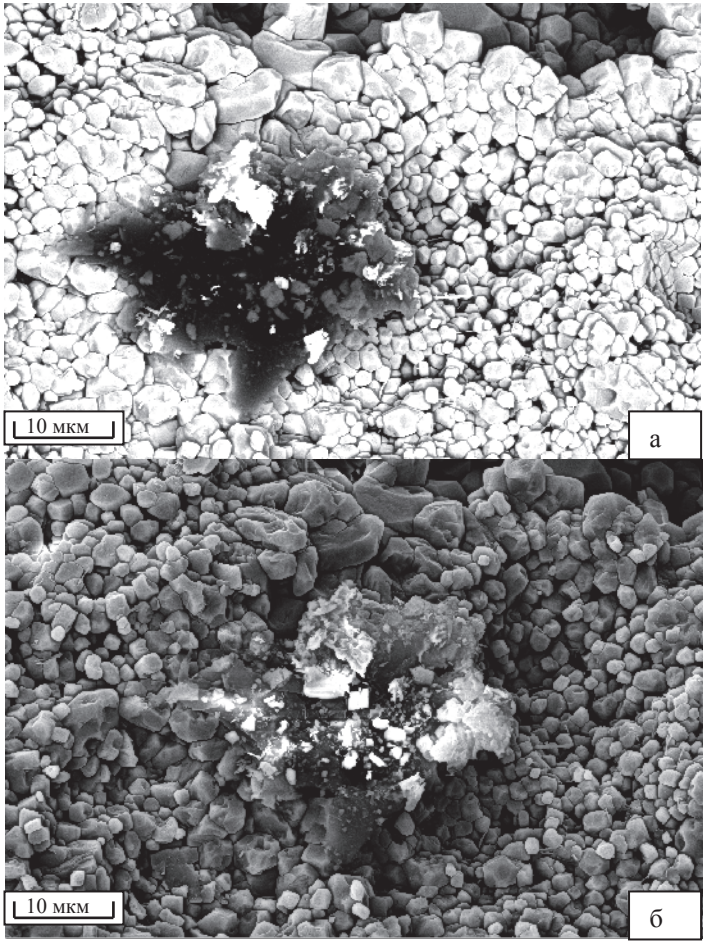


Рис.1. Изображение частицы керогена на поверхности скола образца. а- изображение в обратно-рассеянных электронах, частица хорошо контрастирует на фоне карбонатной матрицы известняка имеющего $CaMg(CO_3)$ состав. б- тоже вторично-электронное изображение.

Количественный анализ микроструктуры гидротермальных глинистых грунтов при деформировании

В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Л.Г. Булыгина, М.С. Чернов, Д.И. Юрковец, Р.А. Кузнецов

МГУ им. М.В. Ломоносова, Геологический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, Россия

В качестве объекта исследования были выбраны гидротермальные глинистые грунты, распространенные в пределах Паужетского месторождения юга Камчатского полуострова. Формирование таких грунтов происходит в ходе гидротермальных преобразований туфов среднего состава. Строение таких грунтов является существенно неоднородным, что связано с его унаследованным характером. Унаследованную структуру можно наблюдать у структурных элементов от макроблоков до микроагрегатов, размером десятки микрон. При этом, трещины, образовавшиеся еще в коренных вулканогенных породах, сохраняются. Часто такие трещины частично заполнены материалом, осаждающимся из гидротермального раствора (включениями пирита, кварцем, аморфным кремнеземом и др.).

Для изучения изменения микростроения при деформировании были выбраны компрессионные испытания. Испытания проводились в соответствии с ГОСТ 12248-2010.

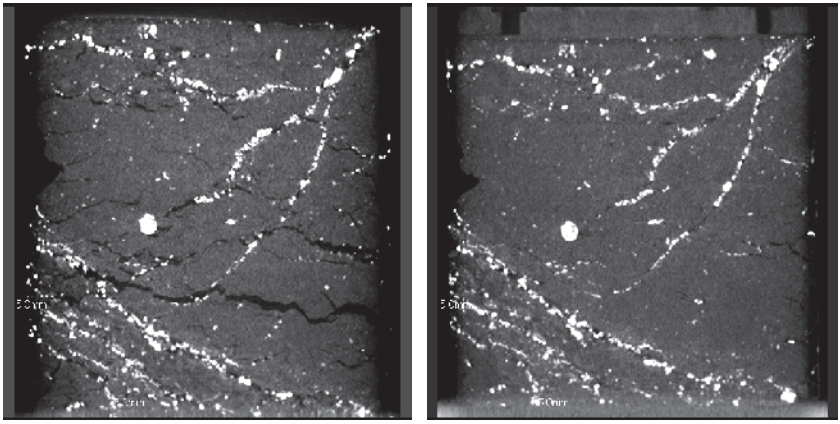
Строение грунтов изучалось при помощи комплекса методов компьютерной рентгеновской микротомографии (μКТ) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) до и после испытаний. Сочетание двух методов позволяет проводить комплексный анализ структурных элементов размером от нескольких сантиметров до десятков нанометров [1], что является несомненным достоинством данной методики при изучении грунтов с неоднородной структурой.

Для получения количественной информации о структуре глинистых грунтов было использовано ПО «СТИМАН» [2]. Данное ПО позволяет получать количественные микроморфологические характеристики горных пород, такие как размер и форму структурных элементов, их ориентацию в пространстве, оценивать пористость и структуру порового пространства, проницаемость, коэффициент извилистости поровых каналов и др.

Количественный анализ порового пространства проводился по сериям РЭМ и μКТ изображений при увеличениях от 32000 до 8 раз, увеличение изображений изменялось в геометрической прогрессии с коэффициентом 2. В результате анализов были получены характеристики структуры порового пространства образцов до и после компрессионных испытаний, были полу-

чены количественные данные вклада пор различных категорий (по их эквивалентному диаметру) в общую пористость.

Проведенные исследований показали, что в большинстве образцов гидротермальных глинистых грунтов во время деформирования происходит уменьшение объема всех категорий пор кроме крупных межмикроагрегатных микропор, размером 10-100 мкм. Некоторый рост (на 3-6 %) объема пор данной категории связан с неполным смыканием крупных (более 100 мкм) макропор и трещин. Причем, макропоры и трещины в грунте могут сохраняться при нагрузках до 0,3 МПа между блоками и внутри них (рис. 1). Это можно объяснить присутствием в данных грунтах минералов, выступающих в качестве цементирующего вещества между отдельными структурными элементами.



а) *б)*

Рис. 1. μКТ-изображения образца до (а) и после (б) деформирования при давлении 0,3 МПа, увеличение в 12 раз.

В качестве аппаратной базы авторами использовались растровый электронный микроскоп LEO1450VP (Германия) и рентгеновский компьютерный микротомограф Yamato TDM-1000H-II (Япония), полученные в рамках реализации Программы развития Московского университета.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты 14-05-00708а, 16-05-00971а).

1. *Л.Г. Булыгина, В.Н. Соколов, М.С. Чернов, О.В. Разгулина, Д.И. Юрковец.* Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2014. 5, с. 457-463.

2. *В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина.* Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008. 4, с. 1-6.

Зондовые методы в исследовании биологически активных селенсодержащих полимерных наносистем

Т.Е. Суханова[1], М.П. Темирязева[2], М.Э. Вылегжанина[1], С.В. Валуева[1], А.А. Кутин[1], А.Я. Волков[1], А.Г. Темирязев[2]

[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук, 199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр., 31, Россия
[2]Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук, 141190, г. Фрязино, пл. Академика Б.А. Введенского, 1, Россия

В работе впервые с помощью зондовых методов - АСМ и Кельвин-зонд микроскопии (КЗМ), проведено исследование морфологии и электрических свойств биологически активных полимерных нанообъектов - гибридных селенсодержащих наносистем Se^0/ПВП (ПВП – поли-N-винилпирролидон, физиологически активный неионогенный полимер [1]) и Se^0/ПЭК (ПЭК - полиэлектролитный комплекс додецилсульфата натрия (ДСН) с катионным сополимером П(ВП-К), мольное соотношение заряженных субъединиц γ = ДСН/К = 0.5÷4.0 [2,3]) в широком диапазоне массового соотношения компонентов ν = 0.025-0.2. В тонких пленках, полученных из водных растворов наносистем на твердотельных подложках, во всем диапазоне ν наблюдаются селеновые наноструктуры сферической формы, размеры которых зависят, главным образом, от pH реакционной среды и исходной концентрации реагентов. Наиболее интересной является наносистема Se^0/ПЭК при γ = 4.0 (Рис. 1а), в которой кроме селенсодержащих наноструктур диаметром D = 75-100 нм обнаружены мицеллы. Размеры основной популяции мицелл составляют ~ 400 нм, при этом они имеют оболочку толщиной 100 нм. Отдельные крупные мицеллы (D = 800 нм) имеют двухслойную оболочку толщиной 200 нм. Внутренняя область мицелл спорадически заполнена инкапсулированными наноструктурами, что подтверждается АСМ-изображениями фазового контраста (Рис. 1б). Кельвин изображение показывает, что заряд комплекса в системе Se^0/ПЭК распределяется неравномерно (Рис. 1в). Темные участки соответствуют отрицательно заряженным кластерам ДСН, который при γ = 4.0 находится в системе в избытке. На изображениях емкостных характеристик хорошо видны сферические непроводящие ядра аморфного селена (Рис. 1г).

Полученные результаты необходимы при разработке технологии получения новых гибридных селенсодержащих наносистем для биомедицинских приложений - в качестве препаратов, компенсирующих дефицит биогенных элементов в организме.

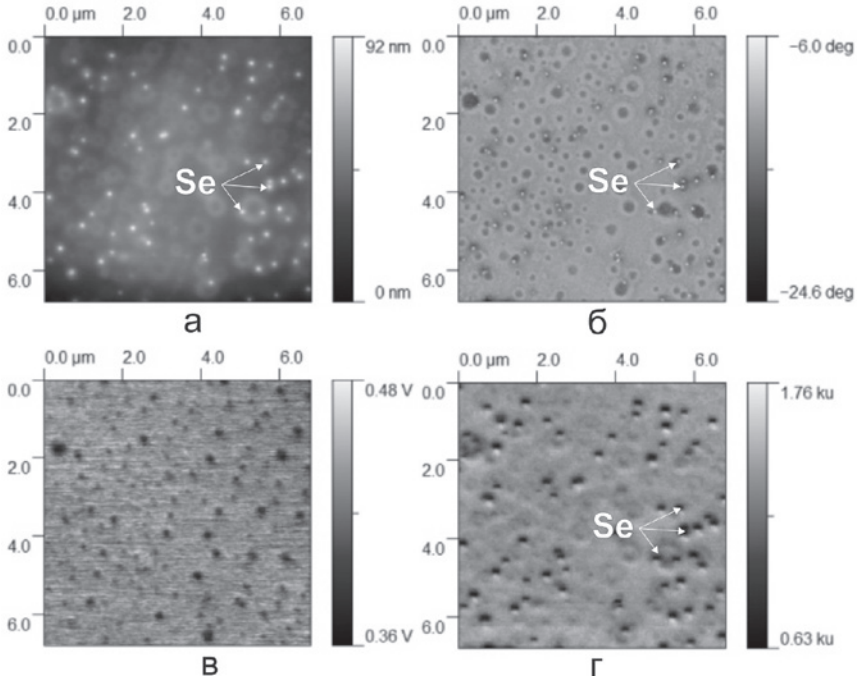


Рис. 1. АСМ изображения свободной поверхности тонких пленок, полученных из водного раствора наносистемы селен-ПЭК при γ = 4.0: а – топография, б – фаза колебаний кантилевера на первом проходе, в – распределение поверхностного потенциала, г – сигнал, пропорциональный емкости (поле 7х7 мкм).

1. *T.E. Sukhanova, S.V. Valueva, M.E. Vylegzhanina, A.A .Kutin, A. Derylo-Marczewska.* Ch. 6 in «Selenium: Dietary Sources, Properties and Role in Human Health ». Nova Science Publishers, Inc., New York. USA. 2015. Ed. W. Morrison. P. 123-146.

2. *Т.Е. Суханова, С.В. Валуева, М.П. Темирязева, А.Г. Темирязев, М.П. Соколова, А.А. Кутин, Г.Н. Матвеева, М.Э. Вылегжанина,* Труды XVIII Международного Симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника». Н. Новгород, 10-14 марта 2014 г. Т.1. С. 271-272.

3. *С.В. Валуева, Т.Е. Суханова, М.П. Соколова, Г.Н. Матвеева, К.И. Сеньковская, А.А. Кутин, А.Я. Волков, А.И. Киппер, Ф.А. Николаев, В.К. Адамчук* // Журн. физ. химии. 2015. Т. 89. №1. С. 92-98.

Применение методов ВРЭМ и РСМА для установления механизмов образования фаз на поверхности сложных оксидов при термостимулированной гетеросегрегации

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, 105064 , Воронцово поле, 10, Москва, Россия

Методами высокоразрешающей растровой электронной микроскопии (ВРЭМ) и рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) детально исследована поверхность монокристаллов сложных оксидов $Pb_5Ge_3O_{11}$, $BiFeO_3$, $PbTiO_3$, $Bi_4Ti_3O_{12}$ после термостимулированной сегрегации. Прослежена эволюция морфологии поверхности в нано- и микрометровом масштабах и локального химического состава в функции температуры, давления (вакуума) и длительности отжигов. Полученные экспериментальные данные позволяют рассмотреть механизм образования новых поверхностных оксидных фаз, осуществляемый за счет массопереноса собственных компонентов на поверхность в зону роста изнутри матричного кристалла-сложного оксида. Диффузия на поверхность происходит по междуузлиям решетки, также возможна диффузия вдоль протяженных дефектов. Массоперенос собственного компонента матричного кристалла на поверхность облегчен вследствие разрыхления структуры вблизи поверхности и уменьшения энергии связи атома-сегреганта и его концентрации в поверхностном слое. Выход атомов сегреганта осуществляется в локальных участках с повышенной концентрацией дефектов, где межатомные связи ослаблены. Кроме диффузии, образование поверхностных фаз также зависит от процессов возгонки, адсорбции.

Химический механизм формирования поверхностной оксидной фазы с составом, отличным от матричного сложного оксида, при поверхностной термостимулированной гетеросегрегации определяется реакциями избытка сегреганта с газовой фазой через адсорбцию кислорода или с твердой фазой через решеточный кислород в локальных участках поверхности. Для сложных оксидов характерным является сосуществование морфологически и композиционно различных поверхностных фаз с высоким и низким парциальным давлением паров (**рис.1**). После невысоких для матричного соединения температур отжига (в сравнении с точками плавления и начала возгонки) на поверхности формируются фазы с относительно низким парциальным давлением паров

(оксиды титана, сложные оксиды титана-висмута, сложные оксиды железа-висмута, сложные оксиды германия-свинца). После высоких температур отжига на поверхности дополнительно образуются фазы с большим парциальным давлением паров (оксиды свинца, висмута).

Работа поддержана грантом РФФИ № 14-03-00126

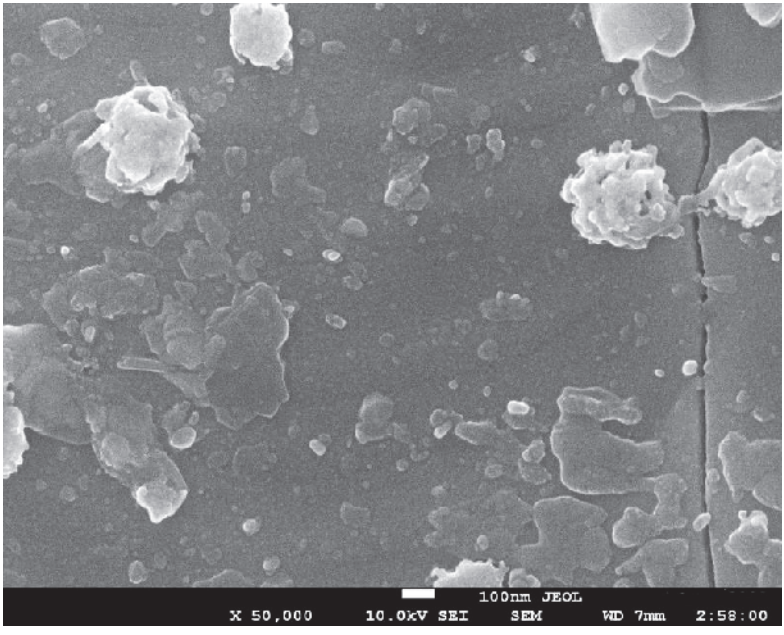


Рис.1. Фаза Bi_2O_3 (сферолиты) и фаза $Bi_{(26-x)}Fe_xO_{39}$ (пластины) на поверхности матричного монокристалла $BiFeO_3$, образованные в результате гетеросегрегации после низко- и высокотемпературного отжигов (линейный масштаб 100 нм);

Структура и нелинейно-оптические свойства микрокристаллов на основе дефектных пирохлоров $CsBMoO_6$ (B = Nb, Ta)

Д.Г. Фукина[1], Р.П. Явецкий[1], Е.В. Сулейманов[1], Г.К. Фукин[2], А.В. Боряков[1], Е.Н. Борисов[3], Е.В. Борисов[3], Д.Н. Титаев[1], Н.В. Сахаров[1], С.И. Суродин[1]

1 Нижегородский Государственный университет им. Н.И. Лобачевского г. Нижний Новгород, Россия
2 Институт металлоорганической химии им. Г.А. Разуваева РАН, г. Нижний Новгород, Россия
3 Санкт-Петербургский Государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

Пирохлоры – класс соединений, обладающий важными физическими свойствами. К ним можно отнести каталитические $CsNb_xTa_{1-x}MoO_6$ [1] и диэлектрические $CsNbWO_6$, $CsTaWO_6$ [2], а отсутствие центра инверсии является фактором определяющим наличие таких свойств, как ферроэлектрические $Pb_2Ir_2O_{7-x}$ [3], нелинейно-оптические $TlNbWO_6$ [4]. Исследование нелинейно-оптических свойств и получение новых нелинейных материалов является перспективным направлением развития современной науки.

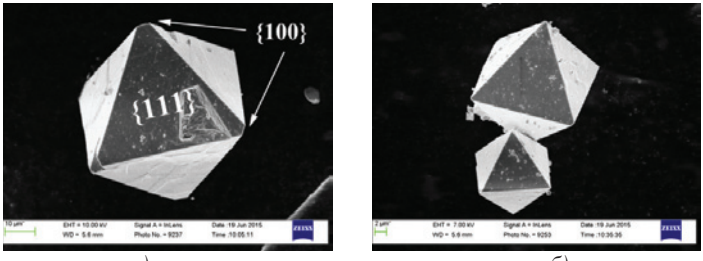
В данной работе методом раствора в расплаве были выращены монокристаллы дефектных пирохлоров $CsNbMoO_6$ со средним размером 50 мкм, $CsTaMoO_6$ со средним размером 12 мкм. Из морфологии кристаллов видно, что они имеют октаэдрическую форму с хорошо выделенными резкими ребрами и гладкими гранями. Вершины некоторых кристаллов притупляются гранями куба {100}, по которым образуются сростки (рис. 1). Методом РФлА был определен состав выращенных кристаллов и обнаружено, что он незначительно отклоняется от стехиометрического: $Cs_{1.06\pm0.05}Nb_{0.95\pm0.05}Mo_{1.02\pm0.05}O_{5.98\pm0.06}$ [5] и $Cs_{0.99\pm0.02}Ta_{0.99\pm0.03}Mo_{0.96\pm0.05}O_{6.06\pm0.04}$, что наблюдалось ранее и для других пирохлороподобных соединений [6]. Для установления того, что не образуются обогащенные фазы или кристаллы с преимущественным содержанием Nb(Ta) или Mo, а также, чтобы понять, каким образом в объеме кристалла распределены атомы определенного сорта, были получены карты РМА распределения элементов. Примесные фазы не были обнаружены в пределах чувствительности метода. Несмотря на нарушение стехиометрии состава, анализ топографии поверхности показывает, что в пределах монокристалла соединения $CsNbMoO_6$ и $CsTaMoO_6$ являются композиционно однородными.

Структуры были расшифрованы методом рентгеноструктурного анализа (РСА). Оба кристалла при комнатной температуре имеют кубическую син-

гонию с пространственной группой F-43m, не содержащей центра инверсии. $CsNbMoO_6$ и $CsTaMoO_6$ характеризуются искажением полиэдров $[MO_6]$ (M=Nb, Ta, Mo), которого достаточно, чтобы понизить симметрию всей структуры до нецентросимметричной пр.гр. F-43m, тогда как структурный тип пирохлора обычно описывается центросимметричной пр.гр. Fd-3m.

На полученных образцах была зафиксирована генерация второй гармоники. Обнаружено, что интенсивность сигнала по отношению к интенсивности сигнала ниобата лития ($LiNbO_3$) составила $I_{2\omega}$ ($CsNbMoO_6$) ~ 1.6×10^{-2} $I_{2\omega}$ ($LiNbO_3$) и $I_{2\omega}$ ($CsTaMoO_6$) ~ 8.5×10^{-4} $I_{2\omega}$ ($LiNbO_3$). Такое резкое уменьшение сигнала возникает вследствие более высоких значений поляризуемости и ковалентности связи Nb–O по сравнению со связью Ta–O.

Таким образом, проведённые исследования микромонокристаллов двух дефектных пирохлоров показали наличие у них нелинейно-оптических свойств, связанных с отсутствие центра инверсии в их пространственной группе и поляризуемости связей.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения СЭМ: а) монокристалл $CsNbMoO_6$; б) монокристаллы $CsTaMoO_6$.

1. *L. Schwertmann*. Heterogene Photokatalyse unter Verwendung von Tantal/Wolfram-basierten Mischoxidkatalysatoren mit Defekt-Pyrochlor-Struktur / Dissertation, 2014.

2. *T. Kar, R.N.P. Choudhary*, Mat. Science and Engineering. B 90 (2002) 224–233.

3. *Y. Hirata, M. Kakajima, Y. Nomura*, Phys. Rev. Let. 110 (2013) 187402–187406.

4. *A.W. Sleight, F. C. Zumsteg, J. R. Barkley*, Mat. Res. Bull. 13 (1978) 1247–1250.

5. *D.G. Fukina, E.V. Suleimanov, G.K. Fukin*, Russian Journal of Inorganic Chemistry. 6 (2016).

6. *D. Komornicka, M. Wołcyrz, A. Pietraszko*, Journal of Solid State Chemistry. 230 (2015) 325–336.

Структурные исследования аскорбат хитозана

У.А. Хусаинов, Н.Ш. Ашуров, С.М. Югай, С.Ш. Рашидова

Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз, 100128, г. Ташкент, ул. А.Кадыри 7[б] e-mail: utkurshoh@mail.ru

На сегодняшний день водорастворимые полисахариды представляют огромный интерес в научных и прикладных сферах производства.

Хитозан растворяется в водных растворах органических кислот и образует комплексные соли с некоторыми органическими кислотами, которые легко растворяется в воде. Солевые комплексы хитозана являются веществами, обладающими бактерицидными, активными ростостимулирующими и противогрибковыми свойствами [1]. Одним из таких комплексов хитозана получают на основе аскорбиновой кислоты [2]. Как известно, аскорбат хитозана находит в последнее время широкое применение в сельском хозяйстве и фармацевтике.

В настоящей работе было проведено исследование структурных характеристик аскорбата хитозана в зависимости от соотношения компонентов методами атомно-силовой микроскопии(АСМ), а также ИК и УФ спектроскопии.

Синтез аскорбата хитозана осуществлен суспензионным методом [2].

АСМ исследования полученных образцов аскорбата хитозана показали, что в данных образцах имеются наночастицы с размерами от 100 нм до микронного размера с равномерным распределением (рис.1.) по поверхности.

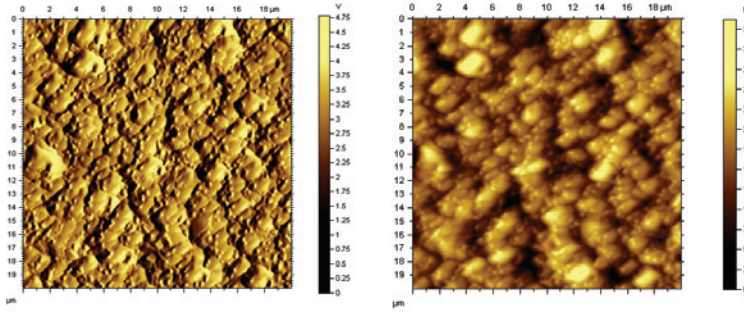


Рис.1. Топография поверхности наночастиц аскорбат хитозан, снятые с использованием атомно-силового микроскопа Agilent 5500, в полуконтактном режиме

Как видно из экспериментальных данных при варьировании соотношения компонентов размеры и формы наночастиц меняются.

Как видно из спектроскопических исследовании аскорбата хитозана наблюдается полосы поглощения в области 220 нм до 315 нм, а также раз-

личные электронные переходы, атомов кислорода и азота, которые связаны переходами неподеленных электронов с основного состояния в разрыхляющие орбитали, а также π-π* переходы в сопряженных связях. В образцах с увеличением в составе аскорбиновой кислоты наблюдается сдвиг полосы поглощения в длинноволновую область.

ИК спектроскопические исследование показали, что наблюдается характеристические полосы поглощения в диапазоне 1670 и 1600 $см^{-1}$, соответствующие функциональным группам хитозана ацетамида (амид I) и амина. В диапазоне 1380-1068 $см^{-1}$ выявлены характеристические полосы поглощения деформационных колебаний метиленовых и гидроксильных групп, а в диапазоне 2900 $см^{-1}$ полосы поглощения за счет валентного колебания данных групп, помимо этого выявлена полоса поглощения в диапазоне 3400-3450 $см^{-1}$, характерная для гидроксильной группы.

В полученном аскорбате хитозана наблюдается смещение полос поглощения карбонильной группы аскорбиновой кислоты, которая находится в области 1750 $см^{-1}$, в сторону меньших волновых чисел, в диапазоне 1720 $см^{-1}$ волновых чисел. Изменение интенсивности и смещение характерных полос поглощения исходных компонентов свидетельствуют о взаимодействии этих функциональных групп, которые участвуют в образовании комплексного соединения хитозана.

Таким образом, результаты АСМ исследований показывают, что соотношение компонентов влияют на структуру образцов и соответственно, это отражается на УФ спектрах.

Список литературы

1.*Куканова Е.М.* Экспресс – диагностика состояния растений и повышение эффективной технологии производства плодов и ягод // Дисс. … док. сельхоз.наук. – Мурманск, 2007. – С.14-15.

2. *Большаков И.Н., Еремлев А.В., Рожкова Е.В. и др.* Новые достижения об исследовании хитина и хитозана // Матер. VII межд. конф., С.-Петерб.-Репино. 15-18 сентябрь, 2003. М.:ВНИРО, стр. 140-142.

Наноструктурные исследования гидротермальных глин Южной Камчатки

М.С. Чернов, В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Д.И. Юрковец, А.Р. Алёшин

МГУ им. М.В. Ломоносова, Геологический факультет,
119991, г. Москва, Ленинские горы, Россия

В качестве объекта исследования выбраны гидротермальные глины, развитые на Паужетских и Нижнее-Кошелевском термальных полях Южной Камчатки. Гидротермальные глины – это породы, сформированные в результате гидротермальной переработки вулканогенных пород в районах современного вулканизма. Ранее проведенные исследования [1] показали, что такие образования содержат участки, сложенные минеральными наноструктурами, причем под наноструктурой авторы понимают пространственную организацию вещества породы, сложенную структурными элементами менее 100 нм (нанокристаллами, наночастицами, нанослоями и др.) [2].

Гидротермальные глины характеризуются зональным развитием глинистых минералов. В верхней зоне (до 0,5 м), так называемой зоне «сернокислотного выщелачивания», преобладает каолинит и смешанослойные образования типа каолинт-смектит. В нижней зоне (мощностью 0,5-1,5 м и более) – «углекислотного выщелачивания», преобладают минералы группы смектита, преимущественно монтмориллонита. Детальное изучение образцов гидротермальных глин прецизионными методами показали, что в гидротермальных глинах присутствует большое количество наночастиц, содержание которых достигает 28-30%.

Микроморфологические исследования при помощи сканирующей электронной микроскопии (РЭМ LEO1450VP) показали, что минеральные микро- и наноструктуры гидротермальных глин чаще всего носят унаследованный (псевдоморфный) характер и относятся к доменоподобному, глобулярно-пластинчатому, ячеистому и губчатому типам.

Полученные данные позволяют говорить о том, что в гидротермальных глинах южной части полуострова Камчатки присутствуют минеральные наноструктуры, сложенные высокодисперсными наночастицами каолинита (рис. 1 а), смектита (рис. 1 б), иллита и смешанослойных минералов каолинит-смектит (рис. 1 в, г). Этот факт может объяснить высокую физико-химическую активность таких глин, а так же концентрирование в них основных рудных, щелочных и редкоземельных элементов.

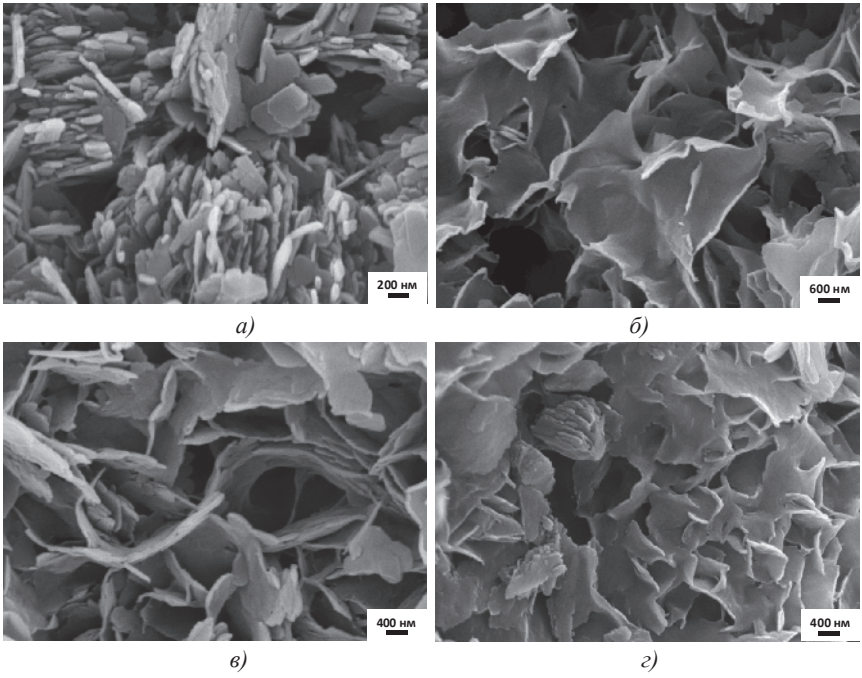


Рис. 1. РЭМ-изображения наноструктур образцов гидротермальных глин, сложенной наночастицами каолинита (а), смектита (б) и смешанослойных минералов каолинит-смектит (в, г).

Результаты исследования получены при использовании оборудования полученного в рамках реализации Программы развития Московского университета.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 14-05-00708а).

1. *С.Н. Рычагов, В.Н. Соколов, М.С. Чернов* Геохимия. 2012, 4, 378-392.
2. *В.Н. Соколов, М.С. Чернов* Доклады Академии наук. 2013, 449, 2, 196-198.

ПЭМ в исследовании природных наноминеральных образований

Т.А. Шабанова, В.А. Глаголев, А.В. Фатчева

Институт геологических наук, Казахстан, г. Алматы, Кабанбай батыра 69а

В последние годы накоплены многочисленные данные о распространенности наноразмерных минеральных форм в породах и рудах. Аномальные свойства наноразмерных компонет приводят к парадоксальному их поведению не только в технологических процессах, но и при опробовании. Это приводит к огромным потерям при разработке многих видов полезных ископаемых и, иногда, к отсутствию представления об их реальном содержании, редко, к неожиданному извлечению металла в разы превышающего данные анализов (эффект Матвиенко) [1].

Электронная микроскопия, в т.ч. просвечивающая, является прямым методом наблюдения - фиксирует формы нахождения и структуры наноминеральных компонент и неоднородности в строении частиц. Причем её данные становятся всё более востребованы при развитии исследований наноразмерной составляющей руд и пород дающей значительные содержания при определении методами учитывающими свойства и исключающими потери наноформ минерального вещества.

. Наше сообщение основано на результатах проведенных в ИГН им К.И.Сатпаева и в лаборатории микро- и наноминералогии исследований природного и синтезированного нановещества, с учетом опубликованных данных по природным нанообразованиям.

Углеродные нано- микро- минеральные образования
Казахстанских месторождений.



а б в

Рис. 1. а- углеродистые сланцы с фуллереноподобными структурами, б- нанотрубки и тубулены, в- разнообразные формы глобулярного углерода .

С помощью электронной микроскопии в лабораториях ИГН получены данные для:

- определения генетических особенностей (сингенез и эпигенез) углеродного материала Например - по изменению структурного параметра d002, для существующей морфологии частицы углерода, можно предположить условия её формирования;
- выявления протоминеральных форм рудной минерализации [1];
- установлен дискретный «квантовоподобный» переход между разными степенями упорядоченности минерального вещества;
- капсулирование углеродом нано- микрометаллических и силикатных частиц в природных структурах (существенно для технологий передела);
- капсулирование углеродом в техногенных образованиях в условиях соответствующих процессам обогатительных производств;
- наследование наноформ микро- и макроминеральными образованиями;
- наличие в природе минеральных образований аналогов синтезированных наночастиц (углерод, кремнезем и многое другое);

Основная проблема - относительно низкая производительность ПЭМ. Учитывая перспективы освоения наноминеральных форм полезных ископаемых с развитием принципиально новых технологий несомненно потребуются электронные микроскопы с автоматизированной системой поиска объектов определенной морфологии, определенного состава, с точным позиционированием для взаимного перехода к оптической микроскопии.

1. *В.Н. Матвиенко В.Н., Ю.Д. Калашников, В.А. Нарсеев* Руды и металлы, 2004, 5, 28-36.

Секция 11.
Применение электронной, зондовой и конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине

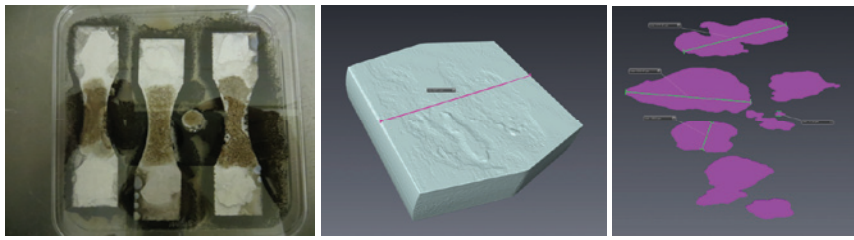
Применение метода рентгеновской 3D микроскопии (микротомографии) для оценки биокоррозионной стойкости конструкционных алюминий-магниевых сплавов

Т.А. Алехова[1], Т.Ю. Новожилова[1], А.В. Александрова[1], Н.А. Загустина[2], А.Д. Плотников[3]

1 Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Биологический факультет, 119234, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 12, Россия
2 Институт Биохимии имени А.Н. Баха РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект 33, Россия
3 Ракетно-космическая корпорация «Энергия», 141070, г. Королев, ул. Ленина 4-а, Московская обл., Россия

В задачу настоящего исследования входила оценка влияния биокоррозионных поражений, вызванных технофильными микроорганизмами на эксплуатационные характеристики образцов металла, предназначенных для механических испытаний. Стандартный образец для испытаний на прочность имеет вид пластинки прямоугольной формы с сужением в средней части. Длина образца составляет 100 мм, толщина – 2,5 мм, ширина в широкой части – 25 мм, в узкой – 12 мм. Исследовались образцы сплавов 1570С и АМг6.

На Рисунке 1а представлен образец 1570С с отчетливо выраженными следами биокоррозионного поражения, вызванного смесью грибных культур *Ulocladium botrytis* и *Aspergillus sidovii*.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Биокоррозионное поражение сплава 1570С: а) образец 1570С пораженный смесью грибных культур *Ulocladium botrytis* и *Aspergillus sidovii*; б) поверхность образца 1570С по результатам реконструкции двухмерных изображений, полученных методом рентгеновской 3D-микроскопии/микротомографии на микроскопе Versa XRM-500 с использованием ПО XM3D Viewer; в) реконструкция глубины повреждений образца 1570С с использованием ПО Avizo Fire Edition.

В качестве метода для решения поставленной задачи выбрана рентгеновская 3D-микроскопия/микротомография с использованием рентгеновского микроскопа VersaXRM-500. Суть метода заключается в съемке множества рентгеновских проекций образца при повороте на дискретный угол и последующем расчете трехмерной модели методом компьютерной томографии. В зависимости от размеров образца и размеров области интереса, разрешение при использовании этого метода может достигать порядка 1 мкм.

При сканировании данных образцов использован следующий режим работы источника: ускоряющее напряжение 50 кВ при общей мощности 4 Вт. Время накопления одной проекции составило 5 секунд с постепенным увеличением до 10 секунд при повороте образца торцом к источнику. Всего для каждого образца выполнено 1440 проекций при полном повороте (360 градусов), т.е. одна проекция каждые 0,25 градуса.

Разрешение на получаемом изображении составило 9,95 мкм/пиксель.

Результаты исследований обрабатывались с использованием ПО XM3D Viewer непосредственно на виртуальных сечениях.

На Рисунке 1б представлена реконструкция поверхности образца 1570С 6 по результатам реконструкции двухмерных изображений.

На Рисунке 1с представлена реконструкция глубины повреждений образца 1570С. Глубина поражения варьируется от 143,5 до 12,7 мкм и в среднем составляет 38,5 мкм.

Визуализация поврежденной поверхности, сегментация и расчет площадей/объемов проводились с использованием ПО Avizo Fire Edition.

Объем пораженной области составил 0,03986 %; Площадь пораженной области составила 1,4 %.

Примененный впервые метод рентгеновской 3D микроскопии (микротомографии) для оценки коррозионных поражений металлов показал свою эффективность и перспективность для дальнейших исследований в этом направлении.

Сравнительный анализ осадков вин с использованием сканирующей электронной микроскопии и микроскопа Axio Imager

В.Е. Андреева[1]

1 «Федеральное государственное бюджетное научное учреждение Всероссийский научно-исследовательский институт виноделия и виноградарства имени Я.И. Потапенко, г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия

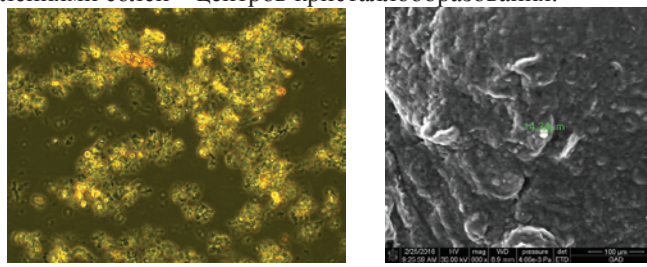
В виноделии качество вина зависит от множества факторов: сорта винограда, почвы, количества осадков и др. И задачей производителей является получение стабильных вин, устойчивых к помутнениям. Причинами, вызывающими помутнения, чаще всего являются белковые, фенольные частицы, металлы, а также бактерии, дрожжи и грибы.

Исследованиями, проведенными ранее [1], установлена возможность применения метода сканирующей электронной микроскопии для анализа осадков в винах на различных технологических стадиях.

В работе были исследованы осадки на различных этапах получения вина. Для проведения сравнительного анализа были исследованы осадки на стадии отделения сусла-самотека - 1 (отбор пробы в момент переработки винограда) и осадок после осветления через сутки - 2.

Представляет интерес сравнительный анализ осадков вин на различных технологических стадиях с использованием сканирующей электронной микроскопии - оборудование ЦКП «Нанотехнологии ЮРГПУ (НПИ)» и микроскопа Axio Imager.

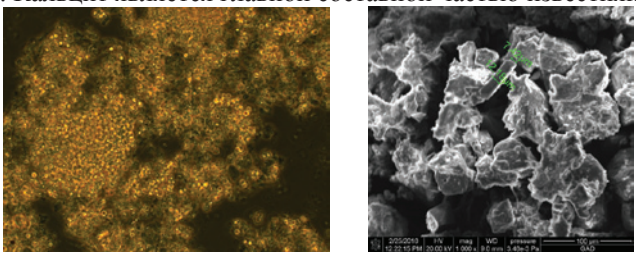
На рисунке 1 можно отметить наличие полифенольно-белковых образований, заметных как в оптический микроскоп, так и на СЭМ-изображении. Рис. 1б позволяет увидеть плотное полимерное образование, состоящее преимущественно из белковых единиц округлой формы, с кристаллическими вкраплениями солей – центров кристаллообразования.



а) *б)*

Рис. 1. Изображения осадка после измельчения винограда: а) оптический микроскоп; б) СЭМ.

Уже через сутки (рис. 2) формируется структура с агломерированными частицами. Кристаллические образования приобретают более выраженные формы, что позволяет их идентифицировать. Это ромбоидные кристаллы кальцитов. Кальцит является главной составной частью известняков.



а) *б)*

Рис. 2. Изображения осадка после отстаивания сусла в течение 1 суток: а) оптический микроскоп; б) СЭМ.

Анализ осадков на различных технологических стадиях с использованием СЭМ позволяет увидеть структуру и состав исследуемых образцов. Развитие современных методов анализа позволит выбирать наиболее подходящий способ обработки вина на данной технологической стадии.

1. *Н.М. Агеева, В.Е. Андреева.* Экспресс-метод сканирующей электронной микроскопии для идентификации веществ, вызывающих коллоидные помутнения вин. [Электронный ресурс] Плодоводство и виноградарство Юга России: темат. Сетевой науч. журнал, Краснодар, (2012), 13, 01, 7. www.journal.kubansad.ru/pdf/12/01/13.pdf

Ультраструктура ядрышка в клетках с подавленной экспрессией белка B23

Е.А. Арифулин, С.А. Голышев, Е.В. Шеваль

НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы МГУ д.1, стр. 40, 119992, г. Москва, Россия

Пространственное обособление компонентов клеточного ядра играет важную роль в его функционировании. В то время как многие макромолекулы распределены по ядру диффузно, другие локализуются преимущественно в составе относительно компактных структур, называемых ядерными тельцами. Вопрос о том, какие механизмы обеспечивают формирование, стабильность и распад ядерных телец, остается открытым.

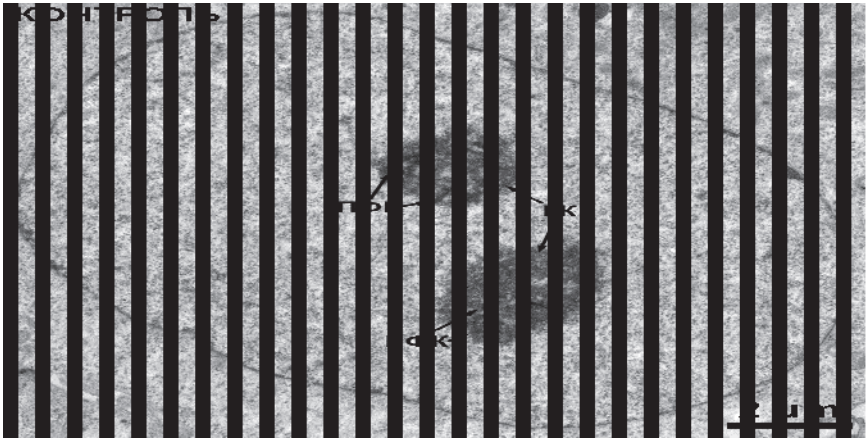
Среди всех ядерных телец наиболее изученным является ядрышко, в котором происходит синтез и процессинг рибосомных РНК, а также сборка рибосомных частиц. Показано, что ядрышко является самоорганизующейся системой, формирующейся при активации транскрипции генов рРНК за счет динамического и кооперативного взаимодействия белков процессинга с транскриптами [1].

В настоящей работе исследована возможная роль мажорного белка ядрышка - B23 - в поддержании структурной целостности ядрышка. Для этого мы получили клоны клеток HeLa, стабильно экспрессирующие shRNA, подавляющие экспрессию B23. При помощи иммуноблотинга были отобраны клоны с минимальным содержанием B23. На фазовом контрасте ядрышки в таких клетках не выявляются или имеют вид малоконтрастных диффузных структур. С помощью антител к B23 было установлено, что, несмотря на подавленную экспрессию, белок продолжает синтезироваться в относительно небольшом количестве, и локализуется в ядрышке, как и в контрольных клетках. Существенным отличием от контроля стало то, что антитела выявляют белок по всему ядрышку, в то время как при нормальном уровне экспрессии они не проникают внутрь структуры, выявляя белок только на периферии ядрышка [2].

Для более детального исследования клетки были изучены с помощью электронного микроскопа (Рис. 1). В ядрышках клеток с подавленной экспрессией B23 заметно снижена плотность гранулярного компонента. В то же время, плотный фибриллярный компонент отчётливо выявляется в виде сближенных плотных продолговатых телец толщиной около 130 нм, часто имеющих вид незамкнутых колец (Рис. 1б). Несмотря на разреженный гранулярный компонент и пониженное содержание B23, ядрышки не распадаются на части, оставаясь обособленными от нуклеоплазмы структурами.

Тем не менее, сниженная плотность гранулярного компонента и обособление частей плотного фибриллярного компонента позволяют предполагать, что B23 вовлечен в поддержание структурной целостности ядрышка.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант 14-15-00199) с использованием приборов, закупленных в рамках программы развития МГУ имени М. В. Ломоносова ПНР5.13.



а) *б)*

Рис. 1. Изменение структуры ядрышка при подавлении экспрессии B23.
а) контрольные клетки; б) клетки экспрессирующие shRNA, специфично подавляющие экспрессию B23. ПФК – плотный фибриллярный компонент, ГК – гранулярный компонент.

Список литературы:

1) *Lam YW, Trinkle-Mulcahy L.* New insights into nucleolar structure and function. F1000Prime Rep., 2016, 7:48;
2) *Svistunova DM, Musinova YR, Polyakov VY, Sheval EV.* A simple method for the immunocytochemical detection of proteins inside nuclear structures that are inaccessible to specific antibodies. J Histochem Cytochem., 2012, 60(2):152-8.

Закономерности ориентации аппрессориальной ростковой трубки возбудителя мучнистой росы на вытянутых листьях пшеницы

А.В. Бабоша, Г.И. Комарова

ФГБУН Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина Российской академии наук, г. Москва, Россия, phimmunitet@yandex.ru

В развитии значительного числа грибных фитопатогенов присутствует продолжительная эктофитная фаза на поверхности растения-хозяина, которая предшествует проникновению вовнутрь. В связи с функциональной и физиологической неоднородностью клеток поверхности, можно предположить существование у патогена определенных адаптивных механизмов для правильного выбора места проникновения. Листья злаков сильно вытянуты в продольном направлении, поэтому такая стратегия внедрения должна опираться на информацию о микротопографии поверхности эпидермы.

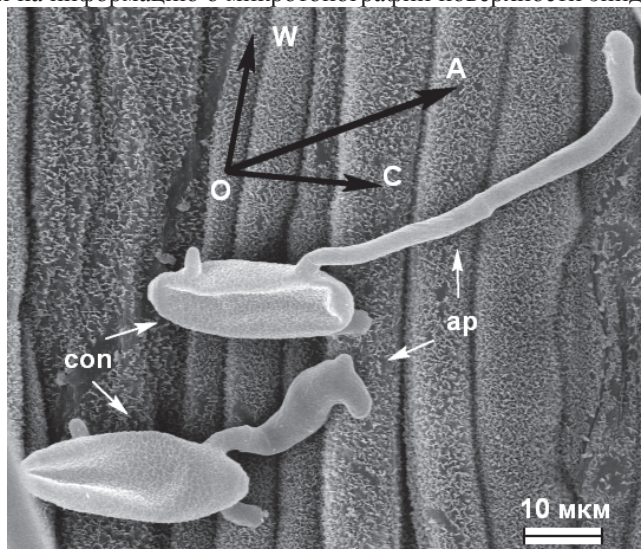


Рис.1. Проросшие конидии (Con) *Erysiphe graminis* на листьях пшеницы. Аппрессориальные ростковые трубки (ap) с нормальной (внизу) и аномальной (вверху) морфологией. Лучи OW, OA и OC соответствуют направлениям оси листа, аппресориальной ростковой трубки и оси конидии.

Цель данной работы – изучение закономерностей ориентации первичных инфекционных структур при нормальном и аномальном прорастании

конидий возбудителя мучнистой росы пшеницы (*Erysiphe* (syn. *Blumeria*) *graminis* f.s. *tritici*) на анизотропной поверхности.

Фрагменты средней части инфицированных листьев пшеницы фиксировали в 4%-ном растворе глютарового альдегида, затем в 2%-ном растворе четырехокиси осмия, обезвоживали в серии спиртов и ацетоне, высушивали при критической точке, напыляли золотом. Адаксиальную поверхность трех листьев каждого варианта исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа LEO-1430VP (Carl Zeiss, Германия). На цифровых фотографиях в программе Image J измеряли угол между аппрессорием и осью листа (угол AOW на рис.1).

На рис.2 представлены распределения угла AOW нормальных и удлиненных аномальных инфекционных структур. Различие формы распределения между ними достоверно с p=0,012 (метод Хи-квадрат). Это обусловлено преобладанием у нормальных аппрессориев продольной ориентации в отличие от аномальных форм, ориентация которых одинакова во всех направлениях. Случайная направленность аномальных структур, вероятно, связана с отсутствием адгезии и невозможности закрепления на продольных элементах микрорельефа листьев растения. Финансирование частично осуществлялось РФФИ (грант 15-04-03729А).

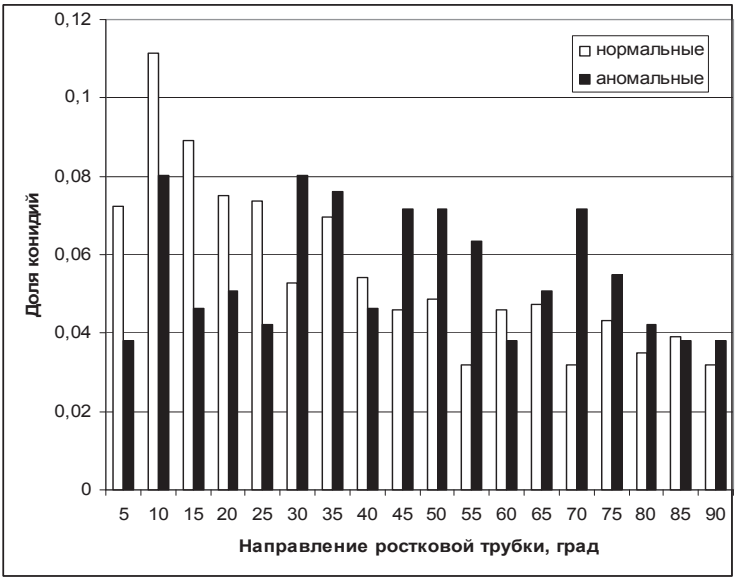


Рис.2. Гистограммы распределения направления аппрессориальной ростковой трубки у проросших (угол AOW, 48 ч после инокуляции) конидий нормальной и аномальной морфологии Для построения гистограмм использовали данные не менее 200 проросших конидий каждого типа.

Использование регрессии для сравнения размеров устьиц листьев растений в гетерогенных выборках

А.В. Бабоша, А.С. Рябченко, Т.Х. Кумахова

ФГБУН Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина Российской академии наук, г. Москва, Россия, phimmunitet@yandex.ru
Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева, г. Москва, Россия, kumachova@aport.ru

Состояние устьичного аппарата играет важную роль в адаптации растений к окружающей среде. Однако при наличии у некоторых растений гетерогенности устьиц по возрасту и размерам, оценка влияния какого-либо экологического фактора на их количественные показатели становится проблематичной.

По мнению А.А. Паутова [1], полиморфизм устьиц связан с их возрастом: ранние устьица в массиве эпидермальных клеток на стадии деления могут расти только за счет деления соседних клеток. Наоборот, замыкающие клетки более поздних устьиц, закладывающихся на стадии преимущественного растяжения, имеют возможность увеличиваться в размерах без увеличения числа окружающих их клеток.

Подобным примером являются листья яблони, аномоцитные устьица которых образуют кластеры из очень крупных устьиц в центре группы из более мелких. Очевидно, что величина средней длины замыкающих клеток будет зависеть как от собственных размеров, так и от доли устьиц разных типов.

Особенностью устьичного комплекса яблони является наличие на поверхности побочных клеток кутикулярных тяжей (рис). Число тяжей у большинства устьиц варьирует в пределах от 2 до 5 и коррелирует с размерами замыкающих клеток. Целью работы было изучение возможности использовать параметры регрессионной кривой зависимости длины устьиц от числа тяжей для оценки различий устьичного аппарата при выращивании яблони в различных экологических условиях.

Морфологию и размеры устьичного комплекса изучали с использованием сканирующей микроскопии замороженных образцов (криоСЭМ). Зрелые листья собирали с укороченных побегов средней части кроны яблони сорта Ранет Симиренко, произрастающих в равнинной и горной зонах Кабардино-Балкарии. Фрагменты листа (1 $см^2$) вырезали между жилками из средней части листовой пластинки и просматривали в режиме высокого вакуума при –30 ^oC с помощью сканирующего электронного микроскопа *LEO*-1430VP (*Carl Zeiss*), оборудованного замораживающей приставкой «*Deben CoolStage*». На цифровых

микрографиях учитывали число кутикулярных тяжей у клеток устьичного комплекса, с помощью программы Image J измеряли длину 100 устьиц каждого образца.

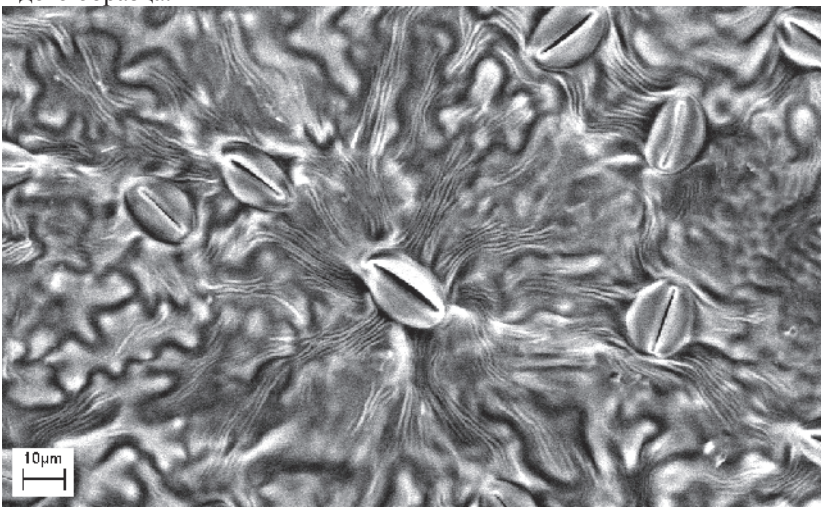


Рис. Устьица листьев яблони с околоустьичными кутикулярными тяжами

Средние размеры и параметры регрессии для 2-х образцов представлены в таблице. Коэффициенты наклона у обоих образцов были сходными, а линии регрессии почти параллельны. Поэтому параметр L_o условной длины устьиц без тяжей хорошо характеризует различие вариантов. В отличие от средней длины замыкающих клеток этот показатель не зависит от вариаций доли устьиц различных типов и вычисляется с меньшей ошибкой. Характер распределения устьиц по числу тяжей также может оказаться информативным для изучения механизма изменений устьичного аппарата в качестве дополнительного параметра.

Таблица. Средняя длина устьиц ($L_{ср}$) и параметры k и L_o экспоненциальной регрессии ($L= L_o{*}k^n$, где n-число тяжей) устьиц 2-х образцов листьев яблони

Образец	k	Lo	Lcp
1	1,069±0,004	15,13±0,02	19,3±0,2
2	1,071±0,007	17,69±0,03	22,5±0,3

Литература

1. *Паутов А. А.* Закономерности филоморфогенеза вегетативных органов растений. СПб., 2009. 219 с.

Исследования морфологии и микроструктуры магнетосом методами электронной томографии

Т.Н. Баймухаметов[1], Ю.М. Чесноков[1], А.Л. Васильев[1,2]

[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

Магнетосома – мембранная структура магнитотактических бактерий, содержащая, как правило, 15-20 монодоменных ферромагнитных частиц, организованных в цепочку. Характерный размер частиц составляет 30-120 нм, при этом известно о трех их основных геометриях: кубооктаэдрические, удлинённо-призмообразные и конусовидные. Дипольный момент такой структуры достаточен для того, чтобы его взаимодействие с магнитным полем Земли преодолело броуновское движение клетки, сориентировав ее в направлении оптимальной концентрации кислорода. Таким образом, оптимизируется поиск микроаэрофильной среды обитания, присущей данным организмам. Показана возможность использования магнетосом для магнитной сепарации клеток и белков, выделения ДНК и РНК непосредственно из биологических жидкостей, адресной доставки химиотерапевтических средств к пораженным органам. Наличие липопротеиновой мембраны в структуре цепочек магнетосом расширяет спектр их возможного применения, что связанно с их биосовместимостью [1].

В настоящей работе исследованы образцы чистой культуры магнитотактических спирилл – штамм Magnetospirillum sp. SO-1. Клетки выращивали на жидкой среде DSMZ № 380 в течение 4 дней до оптической плотности 0.095. Затем 4 мл культуры концентрировали в 20 раз центрифугированием при 8000 мин$^{-1}$ в течение 7 минут. Образцы предоставлены центром "Биоинженерия" РАН. Для электронной микроскопии образцы были приготовлены методом осаждения на стандартную медную сетку с углеродной пленкой из раствора. На рис. 1 (а) приведено темнопольное изображение, полученное в просвечивающим растровом режиме работы электронного микроскопа Titan 80-300 (FEI, США) при ускоряющем напряжении 300 кВ. Экспериментальные томографические серии изображений были получены в режиме светлого поля. Сбор угловой серии происходил в интервале от -50^{o} до $+50^{o}$ с равномерным шагом по углам $h_{\theta} = 5^{o}$. Обработка полученных данных производилась средствами пакета Inspect 3D (FEI, США). Выравнивание угловой серии осуществлялось методом кросс-корреляции и итеративным методом с использованием хорошо различимых особенностей образца. Томографическая реконструкция осложнялась тем, что частицы магнетита в составе магнетосомы вносят в общий

контраст дифракционный вклад. Таким образом, при наклоне образца, частицы попеременно оказываются в отражающих электроны (брэгговских) позициях относительно падающего пучка электронов, что приводит к неравномерному контрасту цепочки магнетосомы на всей угловой серии. В работе использовались два метода получения томографических данных: метод взвешенных обратных проекций и методом одновременного итерационного восстановления. Метод взвешенных обратных проекций оказался менее чувствительным к дифракционным изменениям контраста и результаты восстановления микроструктуры приводятся на рис.1 (б).

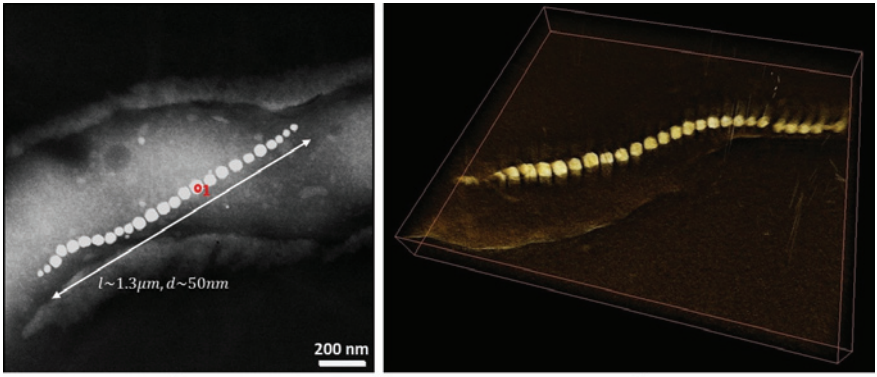


Рис. 1. Темнопольное изображение цепочки магнетосомы (а) и итоговая трехмерная модель цепочки, полученная методом WBP (б).

Работа частично выполнена на оборудовании РЦ ЗЭМ КК НБИКС-технологий НИЦ “Курчатовский институт”.

1. Komeili A. et al. Science. – 2006. – Т. 311. – №. 5758. – С. 242-245.

Изучение дифференциальной диагностики различных форм ринитов с помощью методов сканирующей и трансмиссионной электронной микроскопии

Т.Г. Бархина, М.Ю. Гущин, В.А. Утешева

ФГБНУ «НИИ морфологии человека», 1174185, Москва, ул. Цюрупы, д.3
УЗ НИКИО им. Л.И. Свержевского ДЗ г. Москвы

Ринит является самым распространенным заболеванием в мире. Самая последняя классификация и основанная на ней дифференциальная диагностика ринитов отражена в (ARIA Allergic Rhinitis and its impact on Astma); в ней наиболее выделяются аллергический и неаллергический ринит и их влияние на бронхиальную астму.

Существует клиническая дифференциальная диагностика аллергического (АР) и неаллергического ринитов, одним из разновидностей которого является неаллергический ринит с эозинофильным синдромом – (NARES/НАРЭС), не дающая полной картины заболевания, восполнить которую можно только с помощью морфологических методов. Нами проведена морфологическая оценка ринитов для получения дифференциально-диагностических критериев не только, чтобы уточнить клеточные и субклеточные особенности каждой из этих форм, но и проследить динамику этих процессов. Проанализирован материал слизистой оболочки, взятый из нижней раковины носа у пациентов с АР, НАРЭС, полипозным риносинуситом с помощью методов световой и электронной микроскопии. Важным этапом изучения нозологий ринитов является гисто- и цитотопография разных частей раковин носа, из-за различной васкуляризации этих областей, и их клеточно-гуморальной направленности. При СЭМ слизистая оболочка носа при любой форме ринита выглядит одинаково, характерны небольшие дефекты в эпителиальном слое, участки экструзии секрета бокаловидными клетками и налипание макрофагов и лимфоцитов на эпителий. Основной отличительной особенностью НАРЭС при ТЭМ является нарушение взаимодействий различных клеточных популяций как в эпителии, так в СПСО, и в железистой ткани. Наиболее ярко проявляются изменения в скоплении тучных клеток. Вторая особенность заключается в изменении сосудов микроциркуляторного русла. Для ринитов различного генеза характерно наличие интраэпителиальных клеток иммунного ряда. При НАРЭС чаще встречаются лимфоциты и фибробласты с вычурными отростками в эпителии; для АР - характерно внедрение тромбоцитов и различных гранулоцитов. Третья особенность НАРЭС - внутриэпителиальная дезинтеграция, которая

заключается в нарушении взаимоотношений основных клеточных популяций: реснитчатых клеток (РК) и бокаловидных клеток (БК). Все эти особенности морфологии слизистой оболочки носа свидетельствуют о значительных нарушениях в мукоцилиарном клиренсе, что в конечном итоге приводит к мукоцилиарной недостаточности. Полученные данные позволят более точно подойти к практическим вопросам дифференциальной диагностики ринитов и выбору тактики лечения.

Ультраструктурные дифференциально-диагностические критерии хромофобных раков и онкоцитом почек

С.Д. Бежанова, Е.А. Смирнова, И.Н. Соколова, Н.Т. Райхлин, И.А. Букаева

ФГБУ НУ «Российский Онкологический Научный Центр им. Н.Н. Блохина»

Опухоли почек характеризуются вариабельностью клинического течения, обусловленного морфологическим разнообразием и генетической гетерогенностью.

Особый интерес в практической работе представляют хромофобный почечно-клеточный рак и онкоцитомы, которые нередко вызывают трудности при морфологической верификации.

Одним из надежных методов идентификации данных новообразований является электронно-микроскопический метод исследования.

Материалы и методы.

Изучено 26 случаев хромофобного почечно-клеточного рака и 5 случаев онкоцитарных новообразований почки. Для электронно-микроскопического исследования был использован стандартный способ обработки материала.

При ультраструктурном изучении было обнаружено, что хромофобный почечно-клеточный рак состоит из мономорфных клеток с округлыми ядрами и частично конденсированным хроматином. В отдельных клетках выявляются перинуклеарные зоны просветления (halo). В цитоплазме на ряду с другими органеллами определяется скопление везикулярных структур, что является определяющим критерием для данного новообразования.

Онкоцитомы при электронно-микроскопическом исследовании состоят из солидных полей крупных округлых клеток, ядра в которых имеют ровные контуры, мелкодисперсный или частично конденсированный хроматин. В цитоплазме определяется большое количество плотно упакованных митохондрий, немногочисленные фрагменты цистерн гранулярного эндоплазматического ретикулума, рибосомы и полисомы. Иногда встречаются внутриклеточные канальцы. На границе клеток видны десмосомы.

Таким образом, обнаруженные ультраструктурные особенности хромофобного почечно-клеточного рака и онкоцитомы дают возможность провести дифференциальную диагностику в сложных случаях, что в свою очередь определяет выбор наиболее эффективного варианта лечения.

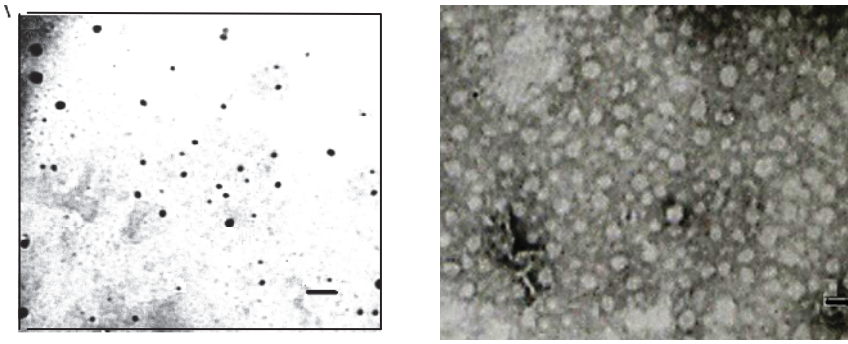
Наночастицы серебра подавляют тепловую агрегацию белковой матрицы

О.Д. Бекасова, В.А. Штейн-Марголина, Б.И. Курганов

Институт биохимии им. А.Н. Баха ФИЦ «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект, 33

Изучение механизмов денатурации и агрегации белков и способов их предотвращения является важной проблемой для медицины, биофармацевтической и пищевой промышленности. Актуальным остается поиск новых защитных агентов различной химической природы, способных подавлять агрегацию белков.

Цель работы состояла в получении информации о влиянии наночастиц Ag^0 на тепловую агрегацию R-фикоэритрина, фотосинтетического пигмента красных водорослей. Он применяется в пищевой промышленности, в фотодинамической терапии онкологических заболеваний, в качестве флуоресцирующего красителя в иммунологии. R-фикоэритрин - водорастворимый глобулярный белок (290 кДа) в форме гексамера $(\alpha_3\beta_3)_2\gamma$ (диаметр 10-12 нм, высота 6 нм) имеет кольцевую структуру с туннельной полостью (6 × 3.5 нм) в центре молекул. Это позволяет использовать R-фикоэритрин в качестве белковой матрицы для синтеза наночастиц. Для получения наночастиц Ag^0 R-фикоэритрин использовали не только в качестве матрицы, но и восстановителя. С применением просвечивающей электронной микроскопии, ПЭМ (электронный микроскоп JEOL JEM – 100 CX,



а) *б)*

Рис. 1. Наночастицы Ag^0, синтезированные в R-фикоэритрине, 10 мкг/мл. JEOL JEM - 100 CX: а) без контрастирования, б) с контрастированием 2% ФВК, pH 7.2. Масштаб: 25 нм.

напряжение 80 кВ, рабочее увеличение 30 000) установлено, что диаметр доминирующих наночастиц Ag^0 равен 6.5 ± 0.5 нм (Рис. 1). Методами динамического светорассеяния и спектрофлуорометрии показано, что R-фикоэритрин начинает агрегировать при температуре 51°C. Однако если в центре молекулы, в наноканале R-фикоэритрина, локализована наночастица Ag^0, модифицированный пигмент (Ag·R-PE), не агрегирует при нагревании вплоть до 90°C [1]. Повышение температуры до 100 °C способствует спонтанной самосборке Ag·R-PE в прямые и изогнутые структуры диаметром 6-15 нм и длиной до 160-170 нм. Ag·R-PE, самоорганизованный в надмолекулярные структуры, преобладает даже после охлаждения до комнатной температуры с постоянной скоростью 1 °C/мин (Рис. 2). Таким образом, вместо тепловой агрегации наблюдается спонтанная самоорганизация макромолекул R-фикоэритрина, реконструированных наночастицами серебра, в устойчивые упорядоченные структуры.

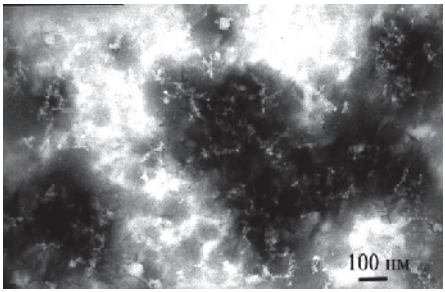


Рис. 2. R-фикоэритрин, модифицированный наночастицами Ag^0, 10 мкг/мл, после нагревания до 100°C и последующего охлаждения до комнатной температуры со скоростью 1°C/мин. JEOL JEM-100 CX, контрастирование 2% ФВК, pH 7.2.

Подавление тепловой агрегации R-фикоэритрина наночастицами Ag^0 обеспечивается стабилизацией пигмента химической сшивкой белковой молекулы ковалентными связями типа металл-лиганд, возникающими в процессе синтеза и созревания наночастицы в его полости.

1. О.Д. Бекасова, В.А. Борзова, В.В. Шубин, Л.И. Ковалев, В.А. Штейн-Марголина, Б.И. Курганов. Прикладная биохимия и микробиология, 2016, 52, 115-121.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 14-04-01530-а).

Совместное применение конфокальной и атомно-силовой микроскопии для анализа организации внутриядерных структур

К.А. Бенкен[1], Е.В. Сабанеева[2]

1 Санкт-Петербургский Государственный Университет, Научный парк, ресурсный центр микроскопии и микроанализа, г. Санкт-Петербург, Россия
2 Санкт-Петербургский Государственный Университет, биологический факультет, кафедра цитологии и гистологии, г. Санкт-Петербург, Россия

Конфокальная (КЛСМ) и атомно-силовая (АСМ) микроскопия позволяют получить истинно трёхмерные изображения объекта исследования, что в настоящее время широко используется для изучения организации клеточного ядра. Однако оба метода имеют существенные ограничения. КЛСМ регистрирует меченные флуорохромами макромолекулярные комплексы с низким разрешением, в то время как АСМ даёт изображение рельефа поверхности с высоким разрешением, но не позволяет определить химическую природу исследуемых комплексов. Поэтому для создания трехмерной реконструкции внутриядерных структур определенной химической природы необходимо использовать совмещение этих двух методов.

С помощью данных методов нами была исследована трехмерная организация макромолекулярных комплексов в вегетативном ядре инфузории *Paramecium caudatum*. После выделения из клеток и механического разрушения ядерной оболочки ядра фиксировали параформальдегидом и обрабатывали TRITC-фаллоидином и DAPI, для выявления полимерного актина и ДНК, соответственно. Далее препараты сканировали с помощью КЛСМ для определения локализации макромолекулярных комплексов, содержащих актин и ДНК, после чего выбранные области анализировали на АСМ. Затем для получения дополнительной информации о природе выявленных структур проводили обработки РНКазой А и протеиназой К различной длительности и повторно анализировали те же области с помощью АСМ.

На изображениях, полученных с помощью КЛСМ, хорошо видны области компактного хроматина, растянутые хроматиновые тяжи с хроматиновыми тельцами, окрашенные DAPI; и содержащие актин структуры, связанные с TRITC-фаллоидином. Анализ выбранных областей на АСМ продемонстрировал наряду с материалом, выявленным с помощью КЛСМ, наличие гранул различного размера, не содержащих ДНК и актин, а также фрагментов ядерной оболочки, связанных с материалом ядра.

Сопоставление данных КЛСМ и АСМ показало характерные различия морфологии макромолекулярных комплексов, преимущественно содержащих ДНК или актин. Актин-содержащие структуры представлены либо

крупными грубоволокнистыми ячеистыми образованиями неправильной формы, либо мелкими сферами размером 200-400 нм. Предположительно, первые осуществляют связь хроматиновых тяжей между собой и с ядерной оболочкой, тогда как вторые являются центрами организации хроматиновых телец. Мелкие гранулы (100-300 нм), ассоциированные с частью хроматиновых комплексов, удаляются даже при кратковременной обработке РНКазой А, что свидетельствует о высоком содержании РНК в их составе. Длительная обработка РНКазой позволяет удалить РНК, маскирующую актиновые сферы в хроматиновых тельцах. Актин-содержащие комплексы не изменяются ни под воздействием РНКазы А, ни при обработке протеиназой К, что, возможно, связано с их стабилизацией фаллоидином. Краткосрочная обработка протеиназой К приводит к нарушению структуры хроматина и его декомпактизации.

Таким образом, сопоставление изображений, полученных с помощью КЛСМ и АСМ, позволяет идентифицировать на одном и том же препарате хроматин, актин-содержащие структуры, РНП-комплексы, описать их морфологию и выявить взаимосвязь между данными ядерными компонентами.

Ультраструктура тимуса, легких и эритроцитов при миастении и фотовоздействиях

А.Х. Бутаев

АО «Республиканский Специализированный Центр Хирургии им. акад. В. Вахидова» МЗ РУз, 100115, г. Ташкент, ул. Фархадская 10

В структуре новообразований переднего средостения доминируют заболевания вилочковой железы. При этом в 40-60 % патологические состояния тимуса вызывают аутоиммунный конфликт с возникновением различных форм миастений (М). [3]

Аутоиммунные конфликты в организме могут возникать при гиперпластических, гипертрофических процессах, при опухолях, кистах вилочковой железы.[3]

Одним из тяжелейших осложнений при миастении является гипоксия. Тканевая гипоксия при М, связана с нарушением проводимости импульсов в нейромышечных синапсах и нарушением функции дыхания. Гипоксия приводит к увеличению в крови патологических форм эритроцитов (ПФЭ) – стоматоцитов, эхиноцитов и др. при снижении доли нормальных эритроцитов (Эр) – дискоцитов (Д). [1, 2] Наиболее эффективным способ восстановления соотношения Д и ПФЭ является внутрисосудистое лазерное облучение крови (ВЛОК). Исследований тканевых Эр и Эр периферической крови (ПК) при М и при влиянии на них не проводилось.

Материал и методики. Исследовались биоптаты удаленных вилочковых желез, легких и эритроцитов периферической крови, после предварительного внутривенного лазерного облучения крови (5 сеансов).

Сканирующие электронномикроскопические - СЭМ исследования проводили на электронном микроскопе Hitachi S405A. Образцы после окраски и обезвоживания высушивали методом критической точки в аппарате НСР-2 и напыляли золотом в аппарате ІВ-2.

Трансмиссионную электронную микроскопию -ТЭМ проводили на микроскопе Hitachi – H600.Ультратонкие срезы готовили на ультрамикротоме Ultracut (ReichertYong). Контрастировали растворами уранилацетата и цитрата свинца (микропроцессор UltrastainerLKB).

Внутрисосудистое лазерное облучение крови – ВЛОК проводили с помощью аппарата «Матрикс – ВЛОК», с излучателем «КЛ-ВЛОК-М», λ - 0,63 мкм, выходная мощность 8 мВт.

Результаты. Сканирующая электронная микроскопия тимуса показывает, что в дольках доминируют лимфоциты разного размера. В центре долек располагаются различного размера тельца Гассаля, сформированные уплощёнными ороговевающими клетками (рис. 1.).

В экстравазатах большое количество патологических форм эритроцитов с доминированием обратимых форм – эхиноцитов (рис 2).

ТЭМ легких показывает, что в просветах альвеолярных капилляров, наряду с сладжированием эритроцитов и формированием микротромбов (рис. 3.), имеет место доминирование эритроцитов причудливой формы, с отростками, глубокими выемками. Такие эритроциты выявляются и в просвете альвеол.

Выявленные изменения свидетельствуют о доминировании в просветах альвеолярных капилляров патологических форм эритроцитов.

Использование ВЛОК приводит к нормализации соотношений Д и ПФЭ в ПК и на поверхности тимуса.

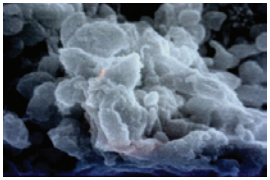


Рис 1. Тельце Гассаля. Тимома. СЭМх 2000.

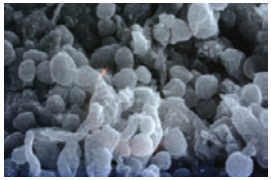


Рис. 2. ПФЭ в просвете сосуда. Тимома. СЭМ х 4000.

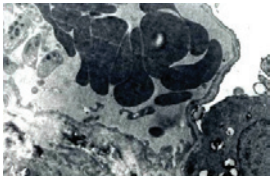


Рис. 3. Сладжи, микротромбы в просвете альвеолярных капилляров. Тимома. ТЭМх7500.

1. *Байбеков. И.М., Бутаев А.Х., Саидханов Б.А.* Клиническая морфология миастении, фототерапия, плазмаферез в её лечении // монография / изд. Lambert Academic Publishing, Saarbrücken, Deuchland/ 240 с. 2015 г.
2. *Бутаев А.Х.* Изменение формы эритроцитов при миастении и возможности лазерного облучения крови в ее коррекции // Ж. Лазерная медицина. 15 (4). 2011г.
3. *Санадзе А.Г.* Миастения и миастенические синдромы. Руководство для врачей // М. изд. «литература». 2012. - 255 с.

Увеличение противомикобактериальной активности синтетических препаратов под влиянием субстанций растительного происхождения в эксперименте

Г.Н. Генатуллина, А.К. Маслов

ФГБУ «НИИЛ» Минздрава России 414057, г. Астрахань, проезд Н. Островского, 3

Микобактерии (МБ) являются группой микроорганизмов, отличаются кислотоустойчивостью, спиртоустойчивостью, антибиотикорезистентностью. К патогенным видам, вызывающим заболевания, принадлежат возбудители лепры и туберкулеза, поражающие миллионы людей [1]. До настоящего времени эти заболевания остаются социально опасными инфекциями, склонными к генетическим изменениям и возникновению новых форм возбудителей, что ведет к множественной лекарственной устойчивости [2]. Эти обстоятельства диктуют необходимость принятия мер по поиску как способов оптимизации применения противмикобактериальных лекарственных средств, так и разработки новых натуральных эффективных антимикобактериальных препаратов, в том числе растительного происхождения [3].

Целью настоящего исследования явилось изучение ультраструктурных изменений микобактерий при сочетанном воздействии синтетических препаратов (рифампицин и дапсон) и субстанций растительного происхождения в эксперименте.

Объектом исследования были растительные субстанции, выделенные из экстрактов, приготовленных по методу, описанному в патенте №2410111 [4]. В качестве препаратов сравнения использовались рифампицин и дапсон. Испытания проводились на штаммах МБ (M. tuberculosis, M.lufu, M.leprae). При исследовании антимикобактериальной активности растительных субстанций был использован метод серийных разведений [5]. Для изучения противолепрозной активности фитосубстанций использована экспериментальная модель лепры на мышах [6]. Морфологическое состояние МБ оценивали при помощи электронного микроскопа.

В результате эксперимента показано выраженное увеличение противомикобактериальной активности синтетических препаратов в присутствии субстанций растительного происхождения. Результаты, полученные при использовании рифампицина совместно с фитосубстанциями выделенных из экстрактов: солодки голой, цмина песчаного и тысячелистника мелкоцветкового показали более выраженную способность ингибировать рост культивируемых микобактерий, в сравнение с действием антибиотика. Цитоплазматическая мембрана M.lufu была разрушена. Наблюдаемые повреждения нуклеоида констатировали полную деструкцию МБ. Влияние исследуемых веществ на M.tuberculosis было более значительно. Большин-

ство клеток имели просветленную цитоплазму, внутри которой отсутствовали основные структуры. Исследования антимикобактериальной активности в опытах на экспериментальных животных показали, что субстанции, выделенные из экстрактов цмина песчаного, солодки голой и пармелии блуждающей, существенно повысили противолепрозное действие дапсона. Ультраструктура M.leprae под влиянием изучаемых веществ претерпевает значительные изменения и подвергается полному распаду.

Полученные данные позволяют рекомендовать изучаемые фитокомпоненты для создания противомикобактериальных средств для коррекции и лечения ряда хронических микобактериальных инфекций.

1.*А.К.Маслов, Г.Н. Генатуллина.* Атлас электронной микроскопии микобактерий лепры и некоторых других микобактерий. – Астрахань: АГУ Издательский дом «Астраханский университет», 2013. – 93 с.

2.*D.G. Russell*. Mycobacterium tuberculosis: here today, and here tomorrow // Nat. Rev. Mol. Cell Biol. – 2001. – №6. – P. 1095-1116.

3.*М.К. Винокурова.* Индивидуализированная лазерная терапия в комплексном лечении больных деструктивным туберкулезом легких: Автореф. дис. … д-ра мед. наук, М., 2005.

4.Способ получения экстракта, обладающего противолепрозной активностью /*Сухенко Л.Т.* (RU), *Назарова Г.Н.* (RU*), Маслов А.К.* (RU) //Пат №2410111 от 29.07.2009. Заявка № 2009128324 от 21.07.2009. Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений РФ 27.01.2011. Патентообладатель: ФГБУ «НИИЛ» Минздрава России (RU).

5.*О.А. Иртуганова, Н.Г. Урляпова* Использование M. lufu для первичного отбора противолепрозных препаратов //Актуальные вопросы лепрологии. – Астрахань: Изд-во НИИ по изучению лепры, 1984. – С.147-150.

6.*C.C. Shepard* The experimental disease that follows the injection of human leprosy bacilli into foot pads of mice //J. Exp. Med. – 1960. – Vol. 112. – P. 445-454.

Ультраструктура сперматогоний при радиационном облучении крыс и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения

М.С.Гениатулина[1], Ю.Н.Королев[1], Л.А.Никулина[1], С.В.Седов[2]

[1]*ФГБУ «РНЦ [1]Медицинской реабилитации и курортологии» МЗ России, Москва, Новый Арбат, д.32*
[2]*ФГБУ «РОНЦ им. Н.Н.Блохина» МЗ России, Москва, Каширское шоссе, д.23*

В настоящей работе изучали действие низкоинтенсивного электромагнитного излучения сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ) на ультраструктуру сперматогоний семенников крыс при радиационном облучении. Эксперимент проведен на беспородных крысах-самцах, которых подвергали радиационному облучению гамма-лучами от источника ^{60}CO в дозе 2 Гр. После радиационного облучения применяли курс ЭМИ СВЧ (аппарат «Акватон-2», ППМ – меньше 1 мкВт/см^2, частота около 1000 мГц, всего на курс 10 процедур, время воздействия 2 мин.). Контролем служили животные, подвергнутые только действию радиационного облучения без применения ЭМИ СВЧ. Забой животных проводили через месяц после облучения. Исследование проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeis SMT Technology system Division, включающей в себя как режим трансмиссионного исследования, так и математическую обработку внутриклеточных элементов.

Установлено, что к 30 суткам после радиации в контрольной группе животных число А-сперматогоний снижалось в 2,7 раза, а число В-сперматогоний, наоборот, увеличивалось в 1,4 раза. Эти реакции клеток, по-видимому, могут быть связаны как с делением А-сперматогоний и дальнейшим переходом их в В-сперматогонии (клетки-предшественники первичных сперматоцитов). При ультраструктурном анализе в 34% сперматогоний выявлены дегенеративные изменения аппарата Гольджи (вакулизация диктиосом, миелинизация мембран), митохондрий (Мх) (миелинизация, просветление матрикса, деструкция крист). В единичных случаях выявлены дегенеративные изменения ядер сперматогоний. Морфометрический анализ показал снижение числа, средней и суммарной площади Мх. На фоне снижения энергетического потенциала клеток выявлено ослабление их белоксинтезирующей активности, особенно в А-сперматогониях (в 1,4 раза уменьшалось число рибосом и полисом в цитоплазме клеток). При применении ЭМИ СВЧ соотношение А- и В-сперматогоний восстанавливалось по сравнению с контролем, приближаясь к уровню интактных животных. Отмечено заметное снижение дистрофических и деструктивных

изменений органелл (наблюдались только в 4,5% клеток). Морфометрический анализ Мх показал достоверное увеличение числа, средней и суммарной их площади по сравнению с контролем ($p<0,01$). Количество рибосом и полисом также увеличивалось (в 1,5 раза по сравнению с контролем). Таким образом, результаты исследования показали, что применение ЭМИ СВЧ ограничивало развитие пострадиационных нарушений в сперматогониях семенников и способствовало усилению внутриклеточных регенеративных и защитных процессов в условиях общего радиационного облучения.

Иммуноструктурный анализ изменений в энтероцитах и культуре Caco2 при всасывании гексоз

Н.М. Грефнер[1], Л.В. Громова[2], Я.Ю. Комиссарчик[1]

1.Институт цитологии РАН, 194064 г. С-Петербург, Тихорецкий пр., 4
2.Институт физиологии им. И.П. Павлова РАН, 199034 г. С-Петербург, наб. Макарова, 6

Процессы всасывания нутриентов, в том числе сахаров, в настоящее время изучаются во многих лабораториях мира. Основным механизмом всасывания глюкозы из просвета кишки в энтероциты принято считать активный транспорт с помощью Na-зависимого транспортера SGLT1. По мнению ряда исследователей при высоких концентрациях глюкозы и насыщении активного транспорта в перенос глюкозы через апикальную мембрану энтероцитов включается транспортер GLUT2, который в обычных условиях отвечает за выведение глюкозы из энтероцита в кровеносное русло. Вместе с тем существует предположение, что определенный вклад в этот процесс может вносить парацеллюлярный перенос глюкозы на потоке всасываемой жидкости. Кроме того, большое влияние оказывает геометрия кишечной ворсинки.

Исследования проводились с помощью световой, конфокальной и электронной микроскопии с использованием методов иммуногистохимии и иммуноцитохимии на энтероцитах тонкой кишки в условиях хронического опыта, а также, на культуре клеток карциномы ободочной кишки (Caco2), которая является общепринятой моделью кишечного эпителия.

Сравнение морфологии энтероцитов и клеток Caco2 показало, что клетки в культуре обладают свойствами, характерными для энтероцитов. В процессе культивирования они образуют монослой, формируют микроворсинки на апикальной поверхности клеток и соединительный комплекс. У них присутствуют транспортеры глюкозы SGLT1 и GLUT2, распределение которых при всасывании сахаров меняется также, как и в энтероцитах.

Оценка распределения транспортеров глюкозы при всасывании глюкозы показала, что SGLT1 в контроле и при различных вариантах нагрузки располагается в апикальной части клеток преимущественно в области щеточной каймы.

Распределение транспортера GLUT2 изменяется в зависимости от концентрации сахара. При низких концентрациях глюкозы транспортер GLUT2 располагается около базолатеральной мембраны. При высоких концентрациях глюкозы этот транспортер выявляется также в апикальной части клетки вблизи апикальной мембраны и на щеточной кайме. Эти факты свидетельствуют об участии GLUT2 в переносе глюкозы через апикальную

мембрану.

Транспортеры SGLT1 и GLUT2 взаимодействуют с цитоскелетом клетки. Метка к транспортерам колокализована с актином щеточной каймы. Распределение метки к тубулину изменяется в зависимости от концентрации всасываемых сахаров аналогично изменениям распределения SGLT1 и GLUT2. На ультраструктурном уровне обнаружено, что при всасывании высоких концентраций сахаров в апикальной части клеток увеличивается число окаймленных пузырьков, которые могут содержать транспортеры глюкозы. Одновременно в апикальной части клеток выявляются многочисленные микротрубочки, а окаймленные пузырьки располагаются вблизи микротрубочек. Эти факты могут свидетельствовать об участии цитоскелета в перемещении транспортеров глюкозы к плазматической мембране исследованных клеток.

При изучении плотных контактов ультраструктурных изменений при поглощении клетками глюкозы не обнаружено. Вместе с тем иммунная метка к актину концентрируется вблизи латеральной мембраны в области плотного контакта. Распределение белков плотных контактов окклюдина и клаудинов 1, 3, 4 в культуре клеток Caco2 не зависит от концентрации глюкозы. Данные результаты показывают, что парацеллюлярный транспорт сахаров на потоке всасываемой жидкости если и возможен, то его доля среди других механизмов незначительна.

В дальнейшем мы планируем более детально изучить колокализацию транпортеров сахаров с элементами цитоскелета, эндосомами и другими органоидами клетки и проследить перераспределение транспортеров внутри клеток при различных функциональных нагрузках.

Работа выполнена с использованием оборудования Ресурсного центра СПбГУ «Развитие молекулярных и клеточных технологий».

Новые способы исследования микроструктуры костных имплантатов методами сканирующей микроскопии

И.Г. Григоров, Е.А. Богданова, В.М. Скачков, А.Г. Широкова, А.Ю. Чуфаров, Н.А. Сабирзянов

Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

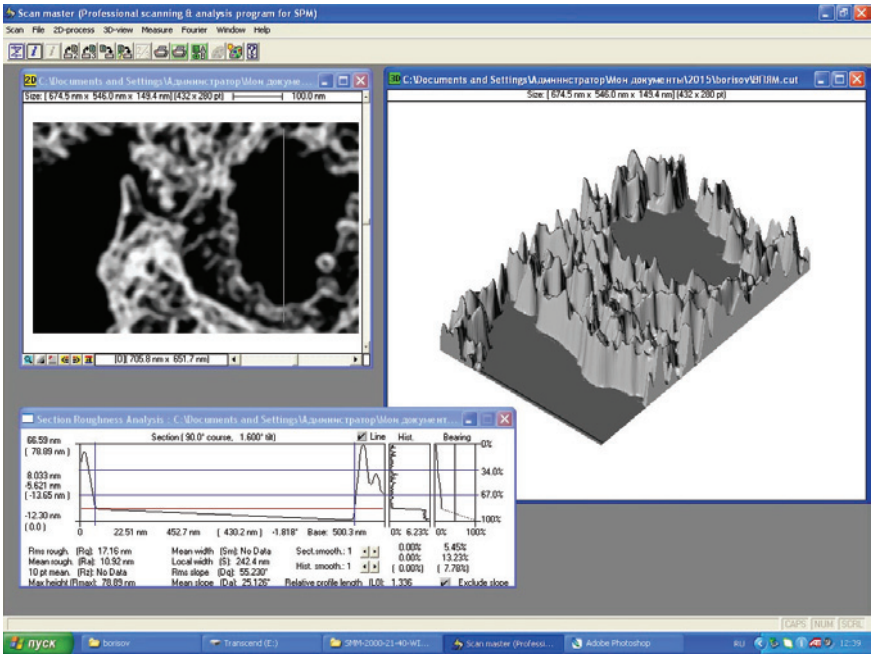
В инженерии костных имплантатов важной характеристикой пространственной структуры трехмерной пористой матрицы – скаффолда (scaffold) является размер пор. Для формирования костной ткани необходим размер пор, оптимально обеспечивающий наилучшее пространственное распределение клеток костной ткани, диффузию питательных веществ и удаление продуктов жизнедеятельности. Часто основным материалом для получения скаффолда используют керамический материал – гидроксиапатит (ГАП), являющийся основной минеральной составляющей костной ткани. В чистом виде ГАП практически не используется в связи с плохими механическими свойствами и отсутствием пористой структуры. Его применяют в качестве дополнительного материала для увеличения остеокондуктивных и остеоиндуктивных свойств имплантата, основой каркаса которого является матрица из высокопористого ячеистого материала (ВПЯМ) [1].

Для исследования характеристик пространственной структуры костного имплантата на основе ВПЯМ из NiTi с ГАП-покрытием ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$), предложен способ формирования трехмерного изображения методом сканирующей 3D-микроскопии. Суть способа заключается в следующем:

В режиме регистрации отраженных электронов в JSM JEOL 6390LA предусмотрено формирование 2D изображения «псевдорельефа» поверхности. Для его формирования используют три полупроводниковых детектора, регистрирующих отраженные электроны, сигналы которых могут, как суммироваться, так и вычитаться при формировании результирующего сигнала. В зависимости от того, какая комбинация сигналов используется, можно сформировать композиционное, топографическое или общее изображение рельефа поверхности. При формировании изображения, например, излома применяется вариант топографического контраста. 3D изображение формируется из полученного с помощью JSM JEOL 6390LA 2D изображения «псевдорельефа» поверхности, для этого дополнительно используют функцию 2/3 (Create 3D by 2D) программы Scan Master, управляющей работой сканирующего зондового микроскопа СММ-2000АТ [2].

Предложенный способ формирования 3D изображения из полученного JSM JEOL 6390LA топографического 2D изображения не позволяет получить абсолютно точное трехмерное изображение поверхности объекта, но в определенном приближении позволяет получить достаточно достоверную

цифровую информацию о пространственных параметрах исследуемой поверхности. Предложенный способ был апробирован при исследовании изломов металлокерамических твердых сплавов [3].



а) *б)*

Рис. 1. Вид 3D изображения поры ВПЯМ в ПО Scan Master из 2D изображения СЭМ (JSM JEOL 6390LA).

Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ 15-29-04868.

1. *Биосовместимый пористый материал и способ его получения. Патент RU 2541171.*

2. *Б.А. Логинов. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия: учебное методическое пособие. М.: МИФИ, 2008. 224 с.*

3. *И.Г. Григоров, В.П. Строшков, Ю.Г. Зайнулин. Способ формирования из 2D 3D изображения в сканирующей микроскопии // Цифровая обработка сигналов. 2008. № 4. С. 23-24.*

Электронно-микроскопическое исследование гастродермиса у турбеллярии лецитоэпителиаты (Plathelminthes)

И.М. Дробышева

Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Россия

Покровы ресничных червей, в связи с их филогенетической значимостью [1, 2], исследованы намного тщательнее, чем кишечные выстилки. Между тем сравнительное изучение тонкой системной организации гастродермиса может способствовать выяснению закономерностей развития тканей в таксонах, занимающих ключевые позиции на филогенетических схемах. Цель работы состояла в исследовании клеточного состава кишки у турбеллярии *Geocentrophora wagini* (Lecithoepitheliata, Plathelminthes).

Кишечник *G. wagini* имеет вид удлиненного мешковидного образования, занимающего у неполовозрелого червя не менее 4/5 объема тела [3]. От окружающей паренхимы кишечник по всей длине отделен прослойкой экстрацеллюлярного матрикса (ЭМ) варьирующей толщины и слоем (иногда прерывистым) кольцевой мускулатуры [4]. На многих срезах подстилающий кишку ЭМ выглядит как тонкая базальная мембрана, к которой клетки гастродермиса крепятся с помощью полудесмосом.

Кишечная выстилка формируется клетками двух типов: столбчатыми пищеварительными (фагоцитарными) и гранулярными булавовидными; последние часто обозначаются как железистые клетки Минота (Minotian gland cells) [5]. Между собой гастродермальные клетки часто соединяются септированными контактами, но на коротких отрезках вдали от апикальной поверхности встречаются также щелевые контакты. Ядра гастродермальных клеток расположены в их базальных частях. Апикальная мембрана образует тонкие, нередко пластинчатые микроворсинки, густые у фагоцитарных клеток и довольно редкие и нерегулярные у клеток Минота.

Фагоцитарные клетки в гастродермисе преобладают. Они имеют непостоянную форму, отличаются многочисленными глубокими складками и длинными выростами, образуя сложные интердигитации с соседними клетками. Цитоплазма фагоцитарной клетки, кроме митохондрий и рибосом, содержит редкие, в основном короткие цистерны шероховатого эндоплазматического ретикулума (ШЭР) и диффузный аппарат Гольджи (АГ), состоящий из очень мелких диктиосом. У зрелых фагоцитарных клеток цитоплазма базальной части забита электронно-плотными гранулами (предположительно лизосомами) разной величины, тогда как апикальная половина клеток изобилует фагосомами и фаголизосомами, среди которых встречаются отдельные лизосомы.

В клетках Минота почти вся цитоплазма заполнена параллельно расположенными цистернами ШЭР и крупными сферическими гранулами секрета высокой электронной плотности. К ШЭР и гранулам иногда примыкают цистерны АГ.

Среди специализированных гастродермальных клеток нередко встречаются клетки с высоким нуклео-цитоплазматическим отношением и бедной органеллами цитоплазмой. Их ядра имеют крупное ядрышко, гетерохроматин представлен относительно мелкими глыбками и тяжами, равномерно заполняющими пространство ядра, пристеночный конденсированный хроматин не развит. По всей совокупности ультраструктурных признаков эти клетки подходят под определение необластов.

Тонкая организация кишечной выстилки *G. wagini* соответствует таковой *Prorhynchus stagnalis* (Lecithoepitheliata, Plathelminthes) [6], однако необласты в кишечнике *P. stagnalis* отмечены не были [6]. Вероятно, гастродермис турбеллярий лецитоэпителиат мог бы служить иллюстрацией для концепции эволюционной динамики тканей [7], поскольку эта морфологически оформленная тканевая система, согласно имеющимся к настоящему времени данным, снабжена собственными стволовыми клетками не у всех видов из таксона Lecithoepitheliata.

Работа выполнена в центре коллективного пользования (ЦКП) "Таксон" при финансовой поддержке гранта РФФИ № 16-04-00593 А.

1. *Ehlers U.* Das Phylogenetische System der Plathelminthes. Stuttgart, New York: Gustav Fischer, 1985. 317 S.

2. *Egger B., Steinke D., Tarui H., De Mulder K., Arendt D., Borgonie G., Funayama N., Gschwentner R., Hartenstein V., Hobmayer B., Hooge M., Hrouda M., Ishida S., Kobayashi C., Kuales G., Nishimura O., Pfister D., Rieger R., Salvenmoser W., Smith J., Technau U., Tyler S., Agata K., Salzburger W., Ladurner P.*To be or not to be a flatworm: The acoel controversy // PLoS ONE. 2009. Vol. 4(5): e5502. doi:10.137 /journal.pone. 0005502

3. *Тимошкин О.А.* Особенности биологии и строения видов рода *Geocentrophora* (Lecithoepitheliata, Prorhynchidae) из озера Байкал // Зоологический журнал. 1984. Т. 63, вып. 10. С. 1464-1470.

4. *Тимошкин О.А.* Ресничные черви оз. Байкал. I. Turbellaria Prorhynchidae. Морфология, систематика и филогения Lecithoepitheliata // Морфология и эволюция беспозвоночных. Новосибирск: «Наука», 1991. С. 63–185.

5. *Boven I.D.* Phagocytosis in Polycelis tenuis // Nutricion in the Lower Metazoa. Oxford: Pergamon press, 1980. P. 1-14.

6. *Antoniazzi M.M., Silveira M.* Pharyngeal and Gastrodermal Ultrastructure of *Prorhynchus stagnalis* Schultze, 1851 (Turbellaria, Lecithoepitheliata) // Acta Zoologica (Stockholm). 1992. Vol. 73(4). P. 255-262.

7. *Заварзин А.А.* Труды по теории параллелизма и эволюционной динамике тканей. Ленинград: «Наука», 1986. 194 с.

Ультраморфологические изменения клеточной линии Pv11 африканского комара-звонца Polypedilum vanderplanki при переходе к ангидробиотическому состоянию

В.Г. Евтюгин[1], С.А. Кондратьева[1], А.А. Несмелов[1], Д. Окада.[2], Т. Кикавада[2], Т. Окуда[2], О.А. Гусев[1]

1 Казанский федеральный университет, Институт фундаментальной медицины и биологии, 420008, г. Казань, ул Кремлевская 18, Республика Татарстан, Россия
2 Национальный Институт Агробиологических Наук, Цукуба

На сегодняшний день для биологических исследований и клинических использований необходимо уметь сохранять функциональные клетки в течение продолжительного времени. Таким способом может послужить стратегия сохранения живого объекта в сухом состоянии при температуре окружающей среды.

Микроскопические организмы не подходили для таких исследований. Вышеуказанное положение изменили беспозвоночные, такие как тихоходки, нематоды, коловратки и личинки хирономид. В частности, личинки P. vanderplanki, являясь самыми крупными ангидробиотическими организмами, вполне могли послужить материалом для исследований как объект, удобный для отделения клеток или даже тканей от целого организма.

Для организма личинки *P. vanderplanki* замена молекул воды в клетках и тканях трегалозой при высушивании является основным механизмом для того, чтобы обеспечить толерантность к высыханию. При высушивании личинки *P. vanderplanki*, трегалоза заменяет окружающие биомолекулы воды. Для организма насекомого этого является достаточным, для проявления толерантности к высыханию. Из вышесказанного следует, что изучение ангидробиоза возможно с использованием отдельных линий клеток или тканей.

В данной работе нами представлен анализ изменения морфологии клеток эмбриональной культуры Pv11 при переходе из активного в обезвоженное состояние с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии.

Большинство «влажных» клеток целые, внутриклеточные структуры отчетливо просматривается. Большинство клеток вытянуты, имеют овальное, треугольное сечение. Ядро имеет овальную форму и занимает 1:3 часть клетки. Хорошо различимы электронно-плотные активные области гетерохроматина на периферии, а также оформленное ядрышко в центре ядра. Размеры клетки варьируют от 3797 nm до 6865 nm в диаметре. В среднем клетка составляет dcp = 5000 nm. При этом dядра= 1873nm - 3293nm. dcp = 2780 nm.

Двумембранные органоиды представлены хондриосомами (митохондриями). Они хорошо просматриваются, после осмиевой фиксации, которая стабилизирует липиды. Зернистость цитоплазмы связана с активностью большого количества рибосом. Это еще раз доказывает, что клетки «влажных» Pv11 находятся в нормальном физиологическом состоянии клеточной линии.

Расположение «сухих» клеток плотное. Электронная плотность клеток возрастает постепенно в процессе обезвоживания. Происходит образование кристаллической структуры дисахарида — трегалозы в клетках и между ними. Уже на небольших увеличениях становится заметно, что клетки становятся меньше размером чем вегетативные формы.

Ядро клетки, как и мембрана, под воздействием дегидратации изменяет форму. Границы клеток становятся более изрезанными, ломаными, при этом сохраняя свою целостность. Мы связываем это со значительным уменьшением объема цитоплазмы при высыхании клеток и образованием стекловидного тела. Ядро занимает 1:2 часть клетки. Межклеточное пространство заполнено остатками разрушенных клеток. Поскольку не все клетки переживают резкую потерю влаги, не смотря на присутствие трегалозы, их разрушенные остатки присутствуют в препаратах и контрастируются наряду с уцелевшими высохшими клетками.

У высушенных клеток наблюдаются мультиламеллярные структуры. Мультиламеллярные структуры образуются в результате высыхания мембранных органелл, таких как митохондрии, ЭПС, везикулы, аппарат Гольджи. Они представляют из себя стопки целостных мембран, способных восстановиться в органеллы при регидратации клеток.

Следы каналов ЭПС и весь объем клетки плотно заполняется трегалозой.

В процессе высушивания наблюдается постепенное изменение морфологии внутренних структур клеток, в популяции наблюдается разрушение части клеток, не успевших адаптироваться к изменившимся условиям среды. Однако, уже с ранних этапов высушивания морфологически обособляются клетки, которые в последствии адаптируются и перейдут в состояние способности пережить полное обезвоживание.

В дальнейших планах рабочей группы изучить процесс восстановления клеток из высушенного состояния в состояние активного метаболизма.

Исследование процессов взаимодействия *S.aureus* и наноструктурированных фторсодержащих поверхностей на основе данных сканирующей электронной микроскопии

В.М. Елинсон[1], Л.В. Диденко[2], Н.В. Шевлягина[2], А.Н. Лямин[1], Г.А. Автандилов[3], О.А. Сильницкая[1]

1 Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), 125993, г.Москва, Волоколамское шоссе, 4
2 Федеральный научно-исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии им. Н.Ф. Гамалеи , МЗ РФ, 123098, г. Москва, ул.Гамалеи, 18
3 Московский государственный медико-стоматологический университет им. А.И. Евдокимова МЗ РФ, 127473, г. Москва, ул. Делегатская, 20/1

Термин «биодеградация» отражает процессы превращения органического материала в неорганический под действием бактерий. Биодеградация полимерных материалов является одной из основных проблем, ограничивающих применение полимерных материалов и изделий из них, поскольку стабильность полимеров к микробной колонизации и биодеградации определяет безопасность и долговременность работы при их использовании. Актуальность проблемы борьбы с биодградацией полимеров постоянно возрастает, поскольку растет выпуск полимеров и полимерных изделий различного назначения и расширяется их ассортимент.

В настоящей работе проводилось электронно-микроскопическое исследование процессов взаимодействия *S. aureus* и наноструктурированных фторсодержащих поверхностей на основе политетрафторэтилена (ПТФЭ), поверхность которых была сформирована обработкой ионами CF_4 в течение 30 минут и последующей модификацией наноструктурированной поверхности нанесением фторуглеродных пленок при использовании газовой смеси (CF_4+ C_6H_{12}) с различным содержанием CF_4. Выбор образцов был обусловлен необходимостью исследовать влияние содержания фтора, влияние способа формирования фторсодержащей пленки и способа обработки поверхности.

Образцы для исследования инкубировались в жидкой питательной среде, содержащей *S. aureus* ATCC 25923 в течение 5 суток при комнатной температуре без обогащения питательной среды. После инкубации с бактериями образцы фторсодержащих материалов фиксировались в 10%-ном нейтральном водном растворе формалина, высушивались при комнатной температуре в течение 10 минут и монтировались на алюминиевые столики с помощью угольного скотча. Оценка структуры поверхности образцов проводилась в двухлучевом ионно-электронном сканирующем микроскопе Quanta 200 3D (FEI Company, USA) в режиме высокого вакуума

при ускоряющем напряжении 5 и 10 кВ после напыления на их поверхность золота (999) в установке SPI-Module Sputter/Carbon Coater System (SPI Inc.,USA). Рентгеновский микроанализ (РМА) элементного состава образцов проводился с помощью приставки Genesis XM 2 (EDAX, USA) к сканирующему электронному микроскопу.

На основе данных СЭМ было установлено наличие области переходных процессов при формировании фторуглеродных пленок при использовании плазмообразующей смеси (CF_4+ C_6H_{12}). Образование указанной области сопровождается существенным изменением содержания фтора и углерода, а также формированием рельефа особого типа, содержащего близко расположенные выступы с расстоянием между ними около 1,0 мкм. На основе данных РМА получены диаграммы атомного и весового содержания фтора и углерода.

Электронно-микроскопическое исследование процессов, происходящих при взаимодействии клеток *S. aureus* с поверхностью ПТФЭ, показало, что контрольный образец ПТФЭ не колонизировался *S. aureus*, но после инкубации со стафилококком при исследовании поверхности материала в электронном микроскопе непосредственно в области сканирования электронным лучом происходит вздутие поверхности. Такого эффекта у интактных образцов не наблюдалось. У образца ПТФЭ, поверхность которого была сформирована обработкой ионами CF_4 в течение 30 минут; образца ПТФЭ, поверхность которого была сформирована обработкой ионами CF_4 в течение 30 минут и модифицирована обработкой в плазмообразующей смеси (CF_4+ C_6H_{12}) с содержанием CF_4 в плазмообразующей смеси 10 об.%.; образца ПТФЭ, поверхность которых была сформирована обработкой ионами CF_4 в течение 30 минут и модифицирована обработкой в плазмообразующей смеси (CF_4+ C_6H_{12}) с содержанием CF_4 в плазмообразующей смеси 60 об.%.; образца ПТФЭ, поверхность которых была сформирована обработкой ионами CF_4 в течение 30 минут и модифицирована обработкой в плазмообразующей смеси (CF_4+ C_6H_{12}) с содержанием CF_4 в плазмообразующей смеси 70 об.%.;также возникали вздутия поверхности под воздействием электронного луча. Результаты показали также, что поверхность образцов, сформированных в области переходных процессов, не колонизируется *Staphylococcus aureus,* обеспечивая отсутствие последующей биодеструкции поверхности.

Объемная микроскопия клеточных структур и микрофлоры эпителия трахеи крысы

П.Р. Казанский, В.Я. Шкловер

ООО «Системы для микроскопии и анализа», ул.Новая, 100, д.Сколково, Московская обл., Россия

В последнее время все большую актуальность приобретают методы объемной микроскопии и средства 3D-визуализации микроструктур: объемные реконструкции исследуемого объекта выполняются в макро-, микро- и субмикронном/нанометровом масштабе, позволяющие лучше понять пространственные взаимоотношения элементов исследуемого объекта на разных уровнях структурной детализации и получить полную морфологическую картину – от органа до клетки и субклеточных структур.

В настоящей работе для объемной визуализации клеточных структур с нанометровым разрешением использовался метод послойной резки посредством фокусированного ионного пучка специально подготовленного для электронно-микроскопического исследования образца ткани с последовательной съемкой полученных сечений в обратно-отраженных электронах (FIB/SEM Slice&View) [4]. На основе полученной серии последовательных послойных изображений средствами специализированного программного обеспечения реконструировался объем исследуемого объекта. При этом разрешение трехмерной реконструкции определялась минимальной (стабильно воспроизводимой) толщиной удаляемого ионным пучком слоя материала и составляла величину порядка 10 нм.

Слизистая оболочка трахеи выстлана реснитчатым псевдостратифицированным столбчатым эпителием (*ciliated pseudostratified columnar epithelium*), состоящим из клеток следующих типов: *ciliated cells*, *brush cells* и *goblet cells*. Выполненные 3D-реконструкции поверхности клеток эпителия сегментированы, каждая клетка выделена своим цветом.

Основной интерес в данной модели представляет выявленная бактериальная флора и ее взаимодействие с эпителиальными клетками. Колония микроорганизмов преимущественно расположена на клеточной границе, которая представляет собой особенность рельефа поверхности. Необходимо отметить, что бактерии преимущественно расположены между клеточных ворсинок и имеют плотный контакт с поверхностью цитоплазматической мембраны. Было показано, что бактерии преимущественно занимают пространство свободное от ресничек, что может свидетельствовать о том, что моторная активность цилий заставляет их избегать взаимодействия с ними[1]. Однако в литературе описаны случаи, когда бактерии, напротив, закрепляются на поверхности ресничек, оставляя свободной цитоплазмати-

ческую мембрану[1,3]. Данный тип взаимодействия микроорганизмов с эпителием является симбиозом, однако установить тип симбиоза сложно ввиду способности бактерий одновременно выступать в роли паразита и комменсала в зависимости от ситуации [1].

Также было показано, что бактерии формируют “стебельки” (stalks) для закрепления на поверхности клеток и лучшего доступа к питательным веществам за счет увеличенного соотношения площади к объему [2]. Кроме того, в модели зафиксирован процесс почкования клеток, проводящийся посредством “стебельков” (stalk formation). На основе морфологии клеток, а также расположении на поверхности мембраны можно предположить принадлежность бактерии к роду *Mycoplasma,* которые являются главным образом поверхностными паразитами [3].

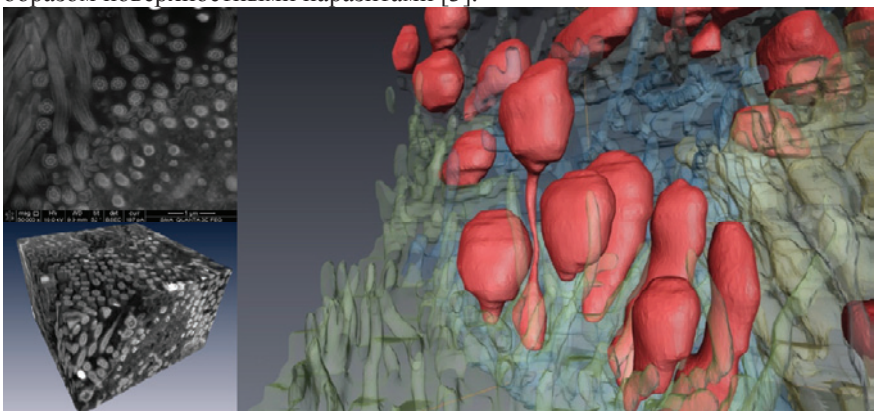


Рис. 1. Слева – снимок отдельного среза ткани (РЭМ) и объемная реконструкция, справа – фрагмент сегментированной реконструкции клеточных структур и микрофлоры эпителия трахеи крысы.

Предложенный подход позволяет исследовать защитные механизмы, реализуемые эпителием трахеи в отношении бактериальной флоры, определять типы симбиотического взаимодействия микрофлоры с эпителием.

1. *Zielinski, G. C., & Ross, R. F.* (1993). Adherence of Mycoplasma hyopneumoniae to porcine ciliated respiratory tract cells. American journal of veterinary research,54(8), 1262-1269.

2. *McAdams, H. H.* (2006). Bacterial stalks are nutrient-scavenging antennas. Proceedings of the National Academy of Sciences, 103(31), 11435-11436.

3. *Rottem, S.* (2003). Interaction of mycoplasmas with host cells. Physiological reviews, 83(2), 417-432.

4. *Целуйко С.С., Вислобоков Н.А., Казанский П.Р. и соавт.* Новый метод изучения ультраструктурной пространственной организации покровного эпителия слизистой оболочки трахеи. // Бюллетень физиологии и патологии дыхания, 2012, № 45, С. 52-56.

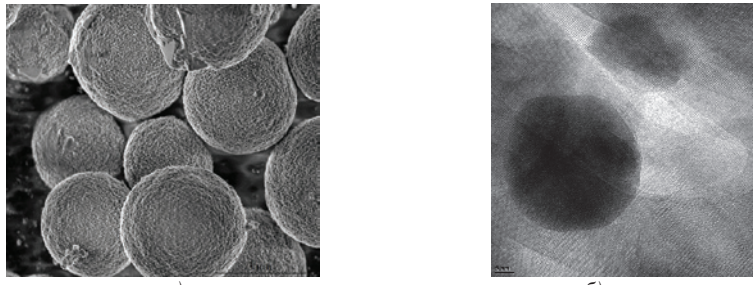
Исследование микроструктуры капсул CaCO3, модифицированных наночастицами Ag

Р.А. Камышинский[1,2], А.А. Васильев[2], Т.В. Букреева[2]

[1]*Московский физико-технический институт (ГУ)*
[2]*НИЦ Курчатовский институт*

В качестве сенсорной платформы для биологических систем предложено использовать биосовместимые пористые неорганические частицы, модифицированные биополиэлектролитами и наночастицами серебра. Схожие частицы исследовались в работе [1]. Модификация наночастицами позволяет получить гигантское комбинационное рассеяние (ГКР) света от одиночных молекул, находящихся на расстоянии нескольких нанометров от так называемых горячих точек, образованных агрегатами наночастиц серебра, и таким образом создать биосенсор на основе ГКР платформы. Прохождение разработанных систем через клеточную мембрану за счет модификации поверхности пористых частиц или за счет варьирования их формы и, как следствие, их проникновение в клетку обеспечит уникальную возможность исследования внутриклеточных процессов, включая изучение метаболизма в клетках в условиях различных внешних воздействий.

Методами растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии проведено исследование микроструктуры сферических и эллиптических капсул карбоната кальция, модифицированных наночастицами серебра. Установлено, что размеры капсул (рис. 1) лежат в пределах 0,9-3,7 мкм (в зависимости от образца), что хорошо согласуется с ожидаемыми результатами. Наночастицы серебра (рис. 2) округлые, средний размер составляет 35 нм, распределены по 20-50 частиц на мкм^2, причем наименьшая концентрация наблюдается в центре образца.



а) *б)*

Рис. 1 а) РЭМ изображение капсул $CaCO_3$; б) ПЭМ изображение наночастиц Ag.

1. *Lyubutin I.S., Starchikov S.S., Bukreeva T.V., Lysenko I.A., Sulyanov S.N., Korotkov N.Y., Rumyantseva S.S., Marchenko I.V., Funtov K.O., Vasiliev A.L.* In situ synthesis and characterization of magnetic nanoparticles in shells of biodegradable polyelectrolyte microcapsules. Materials Science and Engineering: C, Volume 45 - Elsevier B.V., December 2014. - p. 225-233.

Изучение распределения клеток меланомы в смешанных сфероидах методом флуоресцентной микроскопии

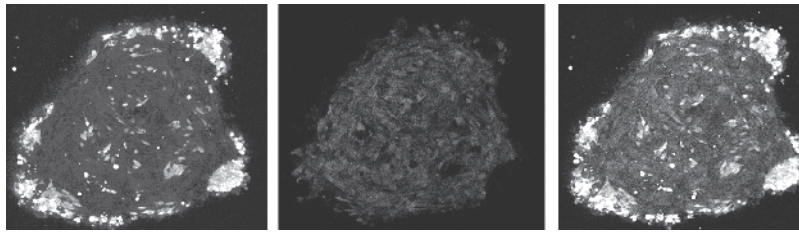
О.Ф. Кандараков, М.В.Калашникова, О.Г. Леонова, В.И. Попенко, А.В. Белявский

Институт молекулярной биологии им. В.А. Энгельгардта РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова 32, Россия

Гетерогенность клеток опухоли in vivo индуцирует развитие модельных систем 3D сокультивирования стромальных и раковых клеток in vitro [1-3]. В представленной работе изучено формирование в «висячей капле» гомогенных и смешанных 3D сфероидов из клеток меланомы MeWo и мезенхимальных стволовых клеток жировой ткани человека (МСК).

3D культивирование в «висячей капле» меланомных клеток MeWo приводит к формированию гомогенных клеточных кластеров без четких границ и геометрической формы, однако смесь клеток MeWo и МСК формирует смешанный сфероид с четкой морфологией и границами (рис.1).

Для проведения тестов на цитотоксичность лекарственных препаратов, а также для других экспериментов по изучению поведения меланомных клеток в смешанных сфероидах необходимо различать сокультивируемые клетки меланомы и МСК. Визуализацию MeWo и МСК в сфероидах провели с помощью CellTracker^{TM}Green CMFDA и CellTracker^{TM}Orange CMRA соответственно, используя протокол фирмы производителя (“Invitrogen”). Смешанные клеточные сфероиды фотографировали с применением конфокального микроскопа Leica TCS SP5. На Рис. 1 показан конфокальный срез смешанного сфероида, сформированного из окрашенных МСК и клеток меланомы.



а) *б)* *в)*

Рис.1. 3D смешанный сфероид. *а-в* - Конфокальный срез сфероида и распределение окрашенных CellTracker^{TM}Green CMFDA клеток меланомы MeWo (*а*), и МСК (*б*), помеченных CellTracker^{TM}Orange CMRA, *в* - общая картина распределения клеток MeWo и МСК в сфероиде при наложении изображений *a)* и *b)* ($1x10^4$ клеток/сфероид, соотношение MeWo к МСК 3:1).

Визуализация клеток MeWo и МСК в сфероиде показала, что стволовые клетки распределены по всему объему клеточного кластера, тогда как клетки меланомы проявляют тенденцию к определенной кластеризации, в том числе и на поверхности сфероида. Полученный результат позволяет проводить комплексный анализ воздействия различных химиопрепаратов на меланомные клетки и оценки их терапевтических свойств.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект №14-35-00107).

1. *L.A. Kunz-Schughart, M. Kreutz, R. Knuechel.* Int. J. Exp. Path., 1998, 78, 1-23.

2. *E.H. Flach, V.W. Rebecca, M. Herlyn, K.S. Smalley, A.R. Anderson.* Mol. Pharm., 2011, 8, 2039-2049.

3. *D.P.Ivanov, T.L.Parker, D.Walker, C.Alexander, M.B.Ashford, P.R. Gellert, M.C.Garnett.* J. Biotechnol., 2015, 205, 3-13

Ультраструктура клеток Сертоли при радиационном облучении крыс и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения

Ю.Н. Королев[1], М.С. Гениатулина[1], Л.А. Никулина[1], С.В. Седов[2]

[1]*ФГБУ «РНЦ [1]Медицинской реабилитации и курортологии» МЗ России, Москва, Новый Арбат, д.32*
[2]*ФГБУ «РОНЦ им. Н.Н. Блохина» МЗ России, Москва, Каширское шоссе , д.23*

Воздействие на организм низкоинтенсивных электромагнитных излучений сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ) с лечебно-профилактической целью остается еще недостаточно изученным. В настоящей работе исследовались ультраструктурные перестройки в клетках Сертоли при действии ЭМИ СВЧ в условиях радиационного облучения. Эксперимент проводился на беспородных крысах-самцах, которых подвергали однократному радиационному облучению на аппарате АГАТ-Р (Онкологический научный центр им. Н.Н.Блохина РАМН) гамма-лучами ^{60}CO в дозе 2 Гр. Через 20 дней после радиационного облучения применяли курс ЭМИ СВЧ (аппарат «Акватон-2», ППМ – меньше 1 мкВт/см^2, частота около 1000 мГц, всего на курс 10 процедур, время воздействия 2 мин.). Контролем служили животные, подвергнутые только радиационному облучению без применения ЭМИ СВЧ. Забой животных осуществляли на следующий день после окончания процедур ЭМИ СВЧ (через месяц после облучения). Исследование проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeis SMT Technology system Division, включающей в себя как режим трансмиссионного исследования, так и математическую обработку внутриклеточных элементов.

Установлено, что под влиянием радиационного облучения в клетках Сертоли обнаруживались локальные просветления и явления отечности цитоплазмы, фрагментация и расширение профилей гранулярной эндоплазматической сети, уменьшение размеров митохондрий (Мх), в которых иногда выявлялись очаги просветления их матрикса и нарушения структуры крист. Морфометрический анализ показал, что средняя площадь Мх уменьшалась ($p < 0,01$), а их количество проявляло слабую тенденцию к увеличению В результате суммарная площадь Мх уменьшалась на 20,7% ($P< 0,01$) по сравнению с интактными животными.

При действии низкоинтенсивного ЭМИ СВЧ пострадиационные нарушения ослаблялись, а процессы внутриклеточной регенерации, наоборот, отчетливо усиливались. Во многих клетках возрастало число цитоплазматических органелл, в том числе Мх. Часть из этих органелл характеризовалась крупными размерами с умеренно плотным матриксом и хорошо

выраженными кристами. Количественный анализ Мх выявил достоверное увеличение их количества (на 34,3%,$P < 0,01$), средней и суммарной площади (соответственно на 20,0%,$P< 0,01$ и 38,7%,$P< 0,01$). Следовательно, процессы регенерации Мх осуществлялись как на органоидном, так и внутриорганоидном уровнях, что в целом приводило к увеличению общей массы Мх в клетках. Наблюдаемое укрупнение Мх, по-видимому, является признаком повышенной продукции в них АТФ. В клетках Сертоли также выявлялись хорошо развитая гранулярная эндоплазматическая сеть (ГрЭС), повышенное содержание рибосом и полисом. При этом новообразованная ГрЭС, в отличие от контроля, часто состояла из удлиненных мембран, ассоциированных с рибосомами, и имела тесные контакты с крупными Мх или группами Мх. Эти взаимосвязи органелл могут свидетельствовать об усилении белоксинтетических процессов в клетках. В целом полученные экспериментальные данные свидетельствуют о том, что низкоинтенсивное ЭМИ СВЧ оказывает активирующее влияние на процессы внутриклеточной регенерации в клетках Сертоли в условиях радиации.

Разработка базы данных морфометрических характеристик и изображений возбудителей особо опасных инфекционных болезней, полученных с помощью атомно-силовой микроскопии

О.С. Кузнецов, Ю.И. Яшечкин, П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, Н.П. Коннов, Н.Е. Щербакова, В.Е. Куклев

ФКУЗ Российский научно-исследовательский противочумный институт «Микроб», г. Саратов, 410005 ул. Университетская, 46

В настоящее время атомно-силовая микроскопия (АСМ) достаточно хорошо зарекомендовала себя в области исследования микробиологических объектов живой природы с высоким пространственным разрешением. Накопленный с помощью этого инструмента богатый материал данных, относящихся к возбудителям особо опасных инфекционных болезней, несомненно, подлежит структуризации, систематизации, анализу и сохранению (архивированию). Для выполнения этой задачи необходима электронная база данных (БД), способная обеспечить исследователю быстрый доступ к нужной информации.

Авторами создана БД, написанная с использованием языка объектно-ориентированного программирования Visual Basic 6.0 в формате Access 8.0 (Рис.1) для компьютеров с операционной системой Windows. БД предназначена для выполнения следующих задач: накопления данных с их последующей систематизацией, анализом и визуальным отображением результатов, полученных с использованием АСМ-микроскопии. База данных содержит морфометрические характеристики и АСМ-изображения возбудителей особо опасных (чумы, холеры, сибирской язвы, туляремии, бруцеллеза) и опасных (легионеллеза, псевдотуберкулеза, кишечного иерсиниоза). В ней представлены сведения о таксономии возбудителей, двух- и трехмерные данные о морфометрии клеток (длине, ширине, высоте, среднеквадратичной шероховатости поверхности), профиле поверхности, а также 2D- и 3D-фреймы. Управление функциями базы данных осуществляется посредством удобного пользовательского интерфейса (Рис. 2).

В БД предусмотрены возможности ее расширения новыми полученными данными о других представителях возбудителей опасных инфекционных болезней.

Получено свидетельство о государственной регистрации базы данных (№ 2015620163 от 30 января 2015 г.).

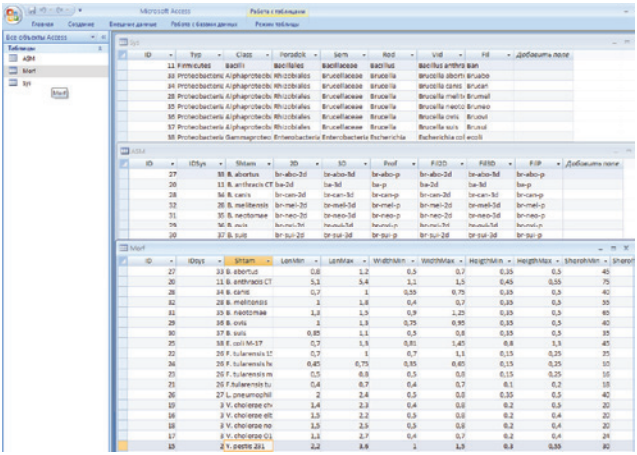


Рис. 1. Таблица данных в формате Access.

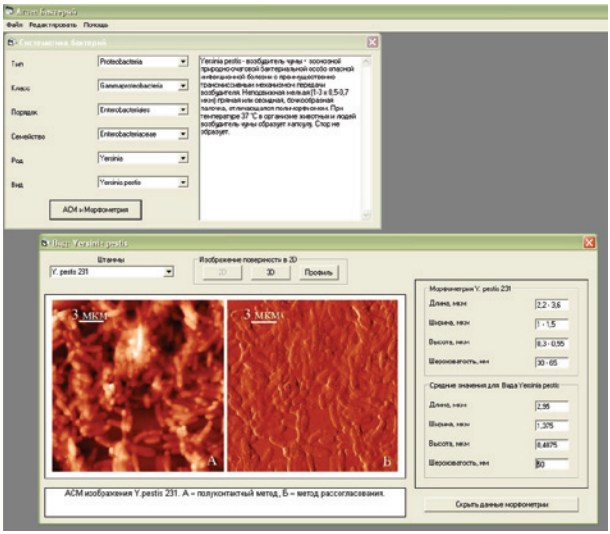


Рис. 2. Окно пользовательского интерфейса базы данных.

Изучение процессов компактизации и декомпактизации митотических хромосом *Nigella damascene*

М.А. Кузнецова[1], Е.В. Шеваль[2]

1 Факультет биоинженерии и биоинформатики МГУ им. М.В. Ломоносова, 119234, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы МГУ 1, стр. 73,Россия
2 Институт Физико-Химической биологии имени А.Н. Белозерского, 119992, г. Москва, Ленинские горы, дом 1, стр. 40, Россия

К настоящему времени структурная организация митотических хромосом животных изучена достаточно подробно, хотя полного консенсуса относительно общей схемы организации пока не достигнуто. У некоторых растений и животных хромосомы имеют существенно больший размер, чем это свойственно для млекопитающих и птиц. Некоторые экспериментальные результаты указывают на то, что для упаковки избыточной ДНК в таких хромосомах существует дополнительный уровень упаковки. Для анализа способа компактизации хроматина на таком высоком уровне организации возможно оперировать участками генома размером ~1 млн. пар нуклеотидов, что может быть легко выявлено с использование репликационных меток. В настоящей работе нами разработан и апробирован новый метод мечения реплицирующегося хроматина в клетках корешков растений. Классический метод выявления реплицирующийся ДНК заключается во включении меченого нуклеотида (BrdU), который затем может быть выявлен специфическими антителами. Т.к. детектируемый эпитоп находится внутри спирали ДНК, он не доступен для антител, и перед окрашиванием ДНК необходимо денатурировать или частично гидролизовать. Чаще всего используют гидролиз в соляной кислоте, что серьезно разрушает структуру клеток. При использовании Click-реакции ДНК метится путем формирования ковалентно-связанного комплекса между нуклеотидом (EdU) и флуоресцентной меткой. Данная реакция не требует гидролиза или другого сильного воздействия. Еще один вопрос заключался в том, каким образом сделать метку доступной для выявления. Это было решено проведением реакции на срезах ткани, заключенной в акриловую смолу LR White. Целью настоящей работы является изучение структурных особенностей организации митотических хромосом *Nigella damascena* с использованием разработанного метода мечения реплицирующегося хроматина. Нами были описаны основные паттерны репликации в клетках *Nigella damascena* и выявлены три основных паттерна, соответствующие, по-видимому, ранней, средней и поздней S-фазе. Показано, что в ходе репликации гетерохроматина у *Nigella damascena* происходит деконденсация хроматина. После репликации гетерохроматин компактизируется. Определена локализация различ-

ных фракций (реплицирующейся в ранней, средней и поздней S-фазе) хроматина в метафазных хромосомах *Nigella damascena*. Для поздно-реплицирующегося хроматина показано, что в ранней профазе он локализуется в виде отдельных гранул в составе тонких формирующихся хросомом, в метафазе-анафазе гранулы могут располагаться в виде нескольких точек в поперечнике хромосом. Показано, что поздно-реплицирующийся хроматин входит в состав хромосом на всех этапах митоза, в то время как, рано-реплицирующийся хроматина в профазе перемещается внутрь хромосом, а в телофазе при деконденсации выходит из них. Таким образом, в ходе профазной компактизации происходит два процесса – вход рано-реплицирующегося диффузного хроматина внутрь хромосом и их постепенное утолщение. В телофазе происходят обратные процессы.

Ультраструктурные особенности взаимодействия агробактерий с клетками мицелия Pleurotus oastreatus

А.В. Лавлинский, Ю.В. Смирнова, В.Н. Попов, А.Г. Богдаев

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).

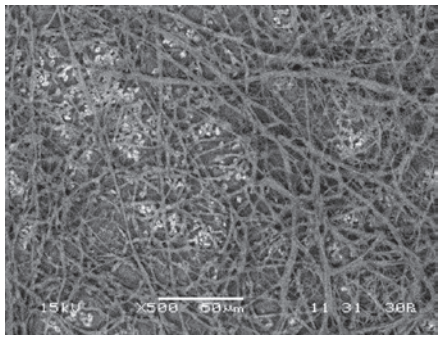


Рис. 1. Гифы мицелия вешенки обыкновенной при малом увеличении (500х).

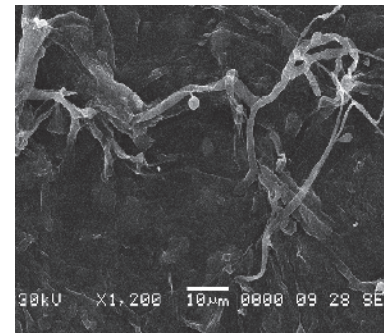


Рис.2. Гифы мицелия вешенки при большом увеличении (12000х).

Повышение вакуума (до 80 Па) позволило резко улучшить качество просматриваемого изображения препаратов даже при большем увеличении до 12000х. (рис.2.).

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).

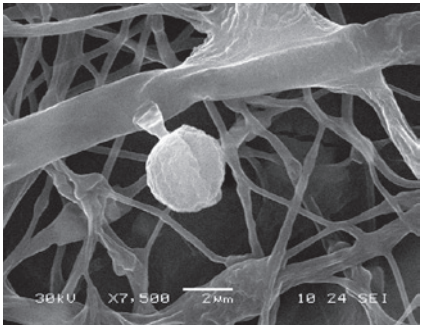


Рис.3. Бластоконидии и анаморфы Pleurotus ostreatus

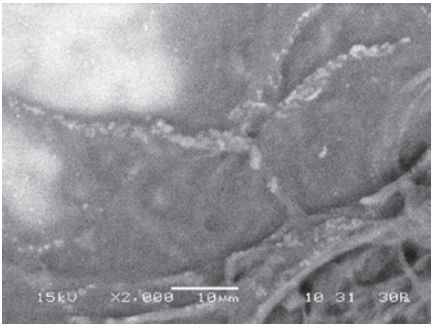


Рис. 4. Колонии агробактериальной культуры на гифах Pleurotus ostreatus

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.

Организация молекул ДНК в структурах хроматина соматических ядер некоторых видов *Paramecium*

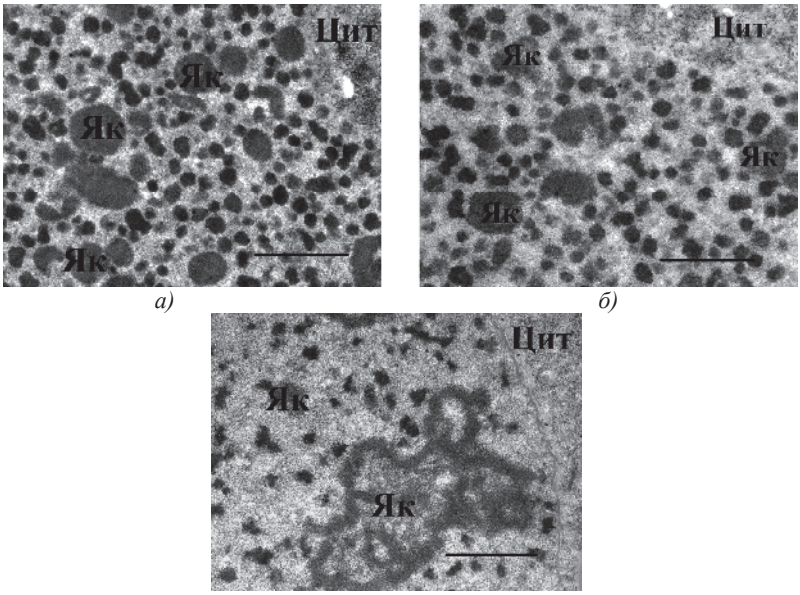
О.Г. Леонова[1], А.А. Потехин[2], И.В. Некрасова[2], Ю.Л. Иванова[1], Б.П. Караджян[3], В.И. Попенко[1]

[1] *Институт молекулярной биологии им. В.А. Энгельгардта РАН, Москва, Россия*
[2] *Санкт-Петербургский Государственный университет, биологический факультет,каф. микробиологии, Санкт-Петербург, Россия*
[3] *Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург, Россия*

Клетки инфузорий содержит ядра 2 типов: активные соматические ядра (макронуклеусы) и транскрипционно неактивные генеративные ядра - микронуклеусы. Геном макронуклеусов представлен относительно короткими (по сравнению с клетками Metazoa) молекулами ДНК, размер которых составляет от 0.5 до 25 т.п.н у видов с генным размером макронуклеарной ДНК и от нескольких десятков до нескольких сотен тысяч т.п.н. у видов с субхромосомным размером ДНК макронуклеуса. Для последних характерной формой организации интерфазного хроматина являются хроматиновые тельца размером около 0.1-0.2 мкм. На выделенных препаратах хроматина макронуклеуса инфузорий *Burasaria truncatella, Didinium nasutum, Paramecium* и некоторых других видов было показано, что ДНК в хроматиновых тельцах упакована по радиально-петельному принципу [1-4]. Однако вопрос о том, сколько молекул ДНК содержится в индивидуальных хроматиновых тельцах, остается открытым. Для решения этого вопроса в данной работе мы сопоставили данные электронной микроскопии и пульс-электрофореза.

Исследования проводили на клетках *D. nasutum,* а также нескольких видов парамеций: *Paramecium quadecaurelia* N1A14, *P. multimicronucleatum* MB2-5. Морфологию структур хроматина в макронуклеусах определяли электронномикроскопически на ультратонких срезах (Рис.1). В клетках *P.quadecaurelia, P.multimicronucleatum* и *D.nasutum* структуры хроматина представлены отдельными хроматиновыми тельцами разного размера. которые в клетках *P.quadecaurelia, P.multimicronucleatum* имеют более или менее округлую, а в *D.nasutum* менее правильную форму. Были определены размеры хроматиновых телец, их объемы, и построены графики распределения хроматиновых структур по размерам.

Размер молекул ДНК определяли с помощью пульс-электрофореза. Геном макронуклеусов всех исследованных видов инфузорий представлен молекулами ДНК субхромосомных размеров. Оцифрованные данные пульс-электрофореза были использованы для получения спектров распределения по длинам молекул ДНК генома соматических ядер.



а) *б)* *в)*

Рис. 1. Ультратонкие срезы соматических ядер инфузорий. *а) Paramecium quadecaurelia* N1A14; *б) P. multimicronucleatum* MB2-5*; в) D. nasutum.* Як – ядрышки, Цит – цитоплазма. Масштаб – 1 мкм.

Сравнение полученных спектров с данными электронной микроскопии позволило сделать вывод о том, что каждое из хроматиновых телец макронуклеуса содержат не одну, а несколько молекул ДНК. Полученные данные позволяют предполагать, что молекулы ДНК в составе одного и того же хроматинового тельца отличаются по размерам, т.е. содержат разные гены.

Полученные результаты хорошо согласуются с моделью радиально-петельной организации молекул ДНК в структурах хроматина макронуклеуса инфузорий, предложенной ранее [1,5].

1. *Е.Г. Новикова, В.И.* Попенко. Молекулярная биология, 1998, 32, 533-541.

2. *О.Г. Леонова, Ю.Л. Иванова, Б.П.Караджян, В.И. Попенко.* Цитология, 2004, 46, 456-464.

3. *Ю.Л. Иванова, О.Г. Леонова, М.А. Шупик, В.И.Попенко.* Молек. биология, 2002, 36, 842-848.

4. *B.P. Karajan, V.I. Popenko, I.B. Raikov.* Acta Protozool., 1995, 34, 135-141.

5. *V.I. Popenko, A.A. Potekhin, B.P. Karajan, S.O. Skarlato, O.G. Leonova.* J. Eukar. Microbiol., 2015, 62, 260-264.

Прямое участие эндоцитозных везикул в транспорте Na^+

О.В. Майорова, А.С. Воронков, Л.А. Халилова, А.А. Фоменкова

Институт физиологии растений им. К.А. Тимирязева РАН, г. Москва, Россия
oli-ifr.ran@mail.ru)

Непосредственное участие везикул в переносе ионов – новая область исследования механизмов ионного гомеостатирования клеток. Ранее с помощью флуоресцентного зонда на эндоцитоз FM 4-64 нами была показана стимуляция образования эндоцитозных структур (ЭС) хлористым натрием в клетках корня галофита *S altissima*. Цель настоящй работы – показать участие эндоцитоза в переносе Na^+ из апопласта в клетки в суспензионной культуре *Arabidopsis thaliana.* Ионы Na^+ в клетках определяли, регистрируя флуоресценцию Na^+-чувствительного зонда ANG-2 с помощью флуоресцентного микроскопа. Использовали непроникающую через мембраны форму ANG-2, позволяющую определять натрий, интернализованный только эндоцитозным путем, но не поглощенный через ионные транспортеры. ЭС в клетках регистрировали, используя FM4-64. Относительное содержание Na^+ в ЭС определяли с помощью количественного анализа колокализации флуоресценции FM и ANG. Степень колокалицации оценивали по коэффициенту Пирсона и коэффициентам колокализации, используя программное обеспечение Axio vision. Проведенные эксперименты выявили точечную флуоресценцию FM и ANG в клетках суспензионной культуры *A. thaliana*. Совмещение изображений с красной флуоресценцией FM и зеленой флуоресценцией ANG после инкубации растительного материала в присутствии обоих зондов и 100 мМ NaCl обнаружило совпадение точечной флуоресценции двух зондов, свидетельствуя о нахождении Na^+ в ЭС. По мере развития эндоцитоза в ходе двухчасовой инкубации клеток в питательном растворе, содержащем 100мМ NaCl и флуоресцентные зонды, интернализация Na^+ и обоих зондов клетками усиливалась, возрастал коэффициент Пирсона и коэффициенты колокализации, что свидетельствует об увеличении степени колокализации эндоцитозных везикул и Na^+ и, следовательно, о поглощении Na^+ образующимися ЭС. Полученные результаты прямо указывают на нахождение Na^+ в люмене ЭС, а также на определенный вклад эндоцитоза в накопление Na^+ и Cl^- клетками при засолении. Таким образом, наряду с традиционной функцией регуляции содержания мембранных белков, в частности ионных транспортеров, эндоцитоз непосредственно участвует в транспорте ионов и в их депонировании в вакуолях.

Работа подержана грантом РФФИ 15-04-04712а.

Низкоинтесивный лазерный свет (632,8 нм) стимулирует белковый синтез в лимфоцитах. Исследование полисом

В.М. Мантейфель, Т.Й. Кару

Институт проблем лазерных и информационных технологий, РАН
142190, Троицк, г. Москва

Низкоинтенсивное лазерное излучение в диапазоне спектра от 600 до 900 нм оказывает стимулирующее действие на клеточный метаболизм. Лимфоциты из селезенки мыши, под влиянием низкоинтенсивного излучения He-Ne лазера, начинают экспрессировать лимфокины, специфические белки, участвующие в активации иммунной системы мышей, что проявлялось через сутки после облучения [1]. Однако ранний эффект света на трансляцию изучен недостаточно. На периферических лимфоцитах человека, облученных in vitro низкоинтенсивным светом He-Ne лазера (доза - 56 Дж/м^2, время облучения - 10 с), было показано, что спустя 1 ч после однократного облучения, активизируются процессы транскрипции рибосомных РНК и мРНК, о чем судили по изменениям ультраструктуры ядрышка и хроматина [2, 3]. Электронно-микроскопическое исследование состояния цитоплазматических полисом на этой же модели открывало возможность судить об изменении уровня синтеза белков в ранний период после облучения. Известно, что полисомы, связные с мембранами "грубого" эндоплазматического ретикулума (ЭР), участвуют в синтезе мембранных белков и белков, экспортируемых из клетки. Из молекулярно-биологических работ известно, что синтез полипептидов происходит на внешней поверхности мембран ЭР и осуществляется рибосомами, связанными с мРНК, а транспорт новообразованных белков происходит по каналам ЭР.

Лимфоциты выделяли из крови доноров (мужчин) с помощью центрифугирования в градиенте Fikoll – Paque (Pharmacia, Швеция). Суспензии лимфоцитов (1x10^6) облучали светом He-Ne лазера в дозе 56 Дж/м^2. После культивирования облученных и необлученных (контрольных) лимфоцитов в среде 199 при 37º С в течение 1 ч клетки осаждали центрифугированием; осадки фиксировали 2,5%-ным раствором глутаральдегида и 1%-ным раствором OsO_4, используя для разведения фиксаторов 0,1 М фосфатный буфер при pH 7.2-7.4. Затем клетки обезвоживали и заливали в эпон 812 по общепринятой методике. Срезы толщиной ~ 80 нм контрастировали уранил ацетатом и цитратом свинца и исследовали в электронном микроскопе JEM 100CX (Япония).

Контроль. Цитоплазма большей части лимфоцитов буквально "набита" свободными рибосомами (80S), не способными синтезировать белки. В меньшей части лимфоцитов (~20%) цитоплазма содержит небольшое ко-

личество дискретных рибосом. В отдельных клетках выявляются немногочисленные цистерны ЭР с редкими рибосомами, удаленными друг от друга на разные расстояния. Подобная организация рибосом соответствует низкому уровню трансляции в периферических лимфоцитах [4].

Опыт. Облучение приводит к значительному увеличению количества цистерн ЭР, на мембранах которого часто обнаруживаются ряды рибосом с равными промежутками между соседними рибосомами. Именно равномерное распределение рибосом в составе полисомы необходимо для реализации синтеза белков [5]. Доля лимфоцитов, содержащих «полноценные» полисомы, составляет более 80%. Таким образом, облучение лимфоцитов приводит к повышению уровня трансляции.

Ранее мы показали, что, спустя 1 ч после облучения лимфоцитов светом He-Ne лазера, происходит перестройка кольцевидного "молчащего" ядрышка, которая отражает активацию синтеза рибосомных РНК и биогенеза рибосом [2]. В это время наблюдали разрыхление конденсированного хроматина ядра, вследствие деспирализации 30 нм фибрилл хроматина, что связали с активацией синтеза мРНК [3]. Заметим, что активация не только транскрипции, но и трансляции (появление "работающих" полисом) развивается в ранний период после однократного облучения. Однако эти структурно-функциональные сдвиги не являются результатом непосредственного действия света. В настоящее время принята гипотеза, согласно которой активирующий эффект низкоинтенсивного монохроматического света на клеточный метаболизм развивается через первичный эффект на митохондрии [обзор: 6]. В молекулярно-биологических исследованиях установлено, что пролонгированный эффект низкоинтенсивного лазерного излучения на синтез белков в разных клетках развивается через первичную активацию цитохром с оксидазы и экстрасинтез АТФ в электронно-транспортной цепи митохондрий [7 и др.].

1. Новоселова Е.Г., Черенков Д.А., Глушкова О.В. и др. Биофизика, 2006, т. 51, вып. 3, с. 509-518.
2. Manteifel V.M., Karu T.I., Lasers Life Sci., 1992, vol. 4, pp. 235-248.
3. Мантейфель В.М., Кару Т.Й., Известия АН Сер. биол., 2009, № 6, с. 654-667.
4. Miyamoto S., Qin B., Safer B., Protein Synthesis, 2010, vol. 10, pp. 423-433.
5. Christensen K., Bourne C.M., Anat. Rec., 1999, vol. 255, pp. 116-129.
6. Karu T.I., Photochem. Photobiol., 2008, vol.. 84, pp. 1091-1099.
7. Hu W-P., Wang J-J., Yu C-L., et al., J. Invest. Dermatol., 2007, vol. 127, pp. 2048-57.

Возможности конфокальной сканирующей микроскопии в оценке содержания клеточной и ядрышковой РНК с помощью флуоресцентного РНК-связывающего красителя пиронина Y

А.А. Миронова, А.А. Квит, О.В. Зацепина

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова Российской академии наук

Пиронин Y (PY) хорошо известен как флуоресцентный краситель, имеющий высокий аффинитет к РНК [1]. Он давно используется в проточной цитофлуориметрии для оценки суммарной клеточной РНК в разных типах клеток и при разных экспериментальных условиях. Это предполагает возможность использования PY для количественной оценки содержания внутриклеточной РНК методами современной микроскопии. Однако оптимальные условия для окрашивания клеток PY остаются в значительной степени не стандартизованными, так что разные авторы предлагают для этих целей разные способы фиксации клеток, концентрацию красителя, время окрашивания и условия регистрации изображений.

Основная цель настоящей работы – оптимизация условий для локализации и количественной оценки содержания РНК в субдоменах культивируемых клеток с помощью PY, конфокальной лазерной микроскопии и программного обеспечения, позволяющего измерять интенсивность флуоресценции в ROI (region-of-interest). Мы показали, что наиболее критичными для получения воспроизводимых результатов являются следующие параметры: (1) условия фиксации клеток (некоторые фиксаторы, включая смесь этанола и ледяной уксусной кислоты) способствуют неспецифическому связыванию красителя с ДНК или приводят к значительной экстракции РНК из цитоплазмы (например, 70% этанол)); (2) рабочая концентрация PY (допустимыми являются концентрации 0.25-1 мкг/мл; отклонения от этих концентраций приводят либо к слишком слабому окрашиванию, либо вызывают неспецифическое окрашивание); (3) условия возбуждения и регистрации флуоресценции (оптимальными являются, соответственно, длины волн 514 нм и 575 нм); (4) условия сканирования образцов. В оптимальных условиях интенсивность флуоресценции PY является практически не изменяется со временем (рис. 1). В клетках отчетливо окрашиваются ядрышки и цитоплазма, что позволяет хорошо видеть их границы при выделении ROI. Специфичность окрашивания РНК в оптимальных условиях

нами подтверждена путем обработки клеток РНКазой А (1 мкг/мл, 2 ч, 37° С) до инкубации с красителем.

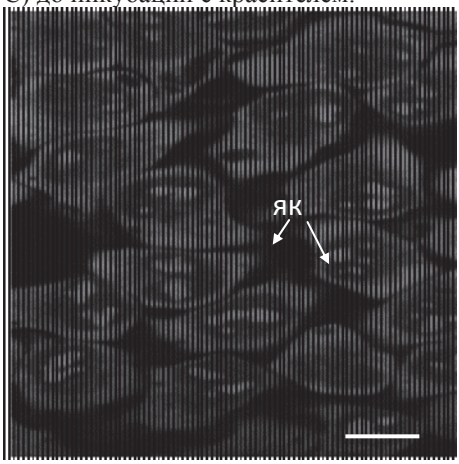


Рис. 1. Окрашивание клеток HeLa 1 мкг/мл пиронина Y в фосфатно-солевом буфере после фиксации 3%-ным параформальдегидом (20 мин), обработки 0.1 % Тритоном X-100 (10 мин). Съемку производили в конфокальном лазерном микроскопе DuoScanMeta LSM510 («Carl Zeiss", Германия), используя объектив Plan-Apochromat 63×/1.40 в присутствии 1 мкг/мл PY после 10-30 мин окрашивания. як – ядрышко. Масштабная линия, 50 мкм.

Используя программное обеспечение Image J. (http://imagej.nih.gov/ij/download.html), позволяющее оценивать интегральную флуоресценцию в ROI, мы измерили интенсивность флуоресценции в 500-1000 ядрышках клеток HeLa. Полученные результаты позволили сделать следующие выводы: (1) ядрышки различаются по содержанию РНК; (2) обработка клеток 0,1 мкг/мл актиномицином Д, селективно ингибирующим синтез рРНК, приводит к достоверному уменьшению ядрышковой флуоресценции PY уже через 15-30 мин после воздействия, что указывает на высокую чувствительность предлагаемого метода. Наши наблюдения подтвердили данные литературы [2] о том, что в живых клетках PY преимущественно адсорбируется в митохондриях, и, следовательно, не может быть использован для выявления РНК прижизненно. Полученные результаты могут быть применимы для быстрого количественного анализа содержания РНК с использованием конфокальной лазерной микроскопии в разных типах клеток.

Список литературы

[1] *Kapuscinski J, Darzynkiewicz Z*. Interactions of pyronin Y(G) with nucleic acids.// Cytometry. - 1987.- V. 8. – P. 129-137.

[2] *Darzynkiewicz Z, Kapuscinski J, Carter SP, Schmid FA, Melamed MR*. Cytostatic and cytotoxic properties of pyronin Y: relation to mitochondrial localization of the dye and its interaction with RNA. // Cancer Res. - 1986.- V. 46. – P. 5760-5766.

Использование РЭМ для выявления влияния прививочных компонентов *Prunus avium* L. на морфолого - анатомические показатели листа

С.М. Мотылева, Г.Ю. Упадышева, М.Е. Мертвищева

ФГБНУ «Всероссийский селекционно-технологический институт садоводства и питомниководства» , 115598,г. Москва, ул. Загорьевская, 4. Россия

Прививка, старая практика размножения растений, до сих пор остается основным способом размножения сортов черешни. Основными подвоями для черешни являются семенные (сеянцы вишни магалебской, черешни дикой, культурных сортов черешни и вишни) [2, 5]. Таксономическая близость подвоя и привоя является общей предпосылкой для успешного развития привитых растений. Подвои должны обеспечивать долговечность сорто - подвойных комбинаций, морозостойкость корневой системы, зимостойкость растений, скороплодность, высокую урожайность, качество плодов. Однако конкретные механизмы, лежащие в основе совместимости, до сих пор не установлены [1, 3, 4]. Также мало изучено влияние подвоя на морфолого-анатомические особенности вегетативных органов привоя.

Цель данной работы – сравнительное изучение морфометрических показателей, микроскульптуры эпидермиса листьев черешни и анатомические особенности черешка на различных подвоях.

Материалом для исследований послужили листья 9 подвоев (Колт, Московия, Измайловский, Магалебская, Степной родник, АВЧ – 2, ВСЛ – 2, ВЦ – 13, В – 5 – 88) и сорта черешни Чермашная на этих подвоях. Исследования выполнены на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6010LA в режиме неполного вакуума (50 Па). Исследовали полностью сформированные листья (середина июня). Морфометрические показатели измеряли в средней трети листовой пластинки. Предварительное напыление образцов не проводилось.

Микроморфология поверхности, скульптура кутикулы, характер воскового слоя, количество устьиц, их расположение на листе,– составляют комплекс диагностических признаков листа. В результате исследований выявлены типичные черты, присущие виду *Prunus avium* L. Форма устьиц удлиненно-овальная (отношение длины устьиц к ширине в пределах от 1,8 до 2, 2). Расположение устьиц относительно поверхности листа (на уровне поверхности или слегка заглубленное), количество устьиц на 1 мм^2 листовой пластинки в пределах от 282,6 до 905,4 шт. Форма клеток адаксиальной и абаксиальной сторон листа преимущественно неправильно-многоугольная, складчатая. Восковой слой сплошной, гладкий, слабо - бу-

горчатый или пластинчатый. Трихомы (волоски) короткие шиловидно – прямые (110,5 – 122,4 мкм) и длинные прямые или извитые (330,4 – 642,5 мкм) располагаются на абаксиальной стороне листа (рис. 1a, 1b, 1c, 1d). Установлены существенные различия морфометрических показателей (количество устьиц, отношение длины устьиц к ширине, периметр клеток) и скульптурных особенностей (форма клеток, восковой слой, складки, тяжи между устьицами, наличие трихом) у листьев подвоев. У листьев привойных комбинаций обнаружено сходство указанных выше признаков с листьями привоев (рис.1e, 1f , 1g, 1h). Кол

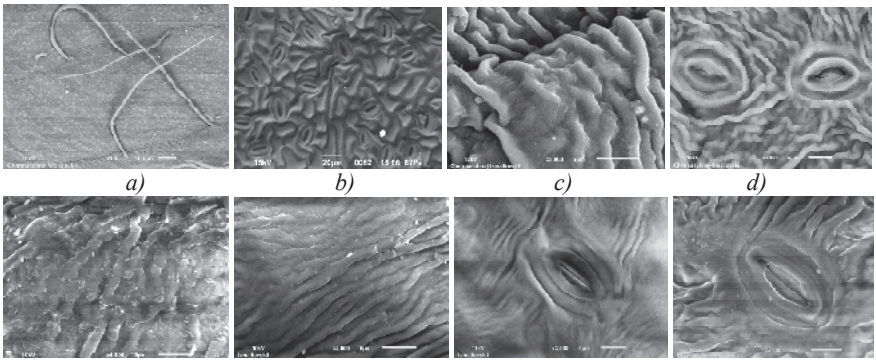


Рис. 1. Изображения РЭМ (JSM 6010-LA): a) трихомы на поверхности листа;b) форма клеток абаксиальной стороны листа. Скульптура кутикулы:c) адаксиальная сторона листа; d) абаксиальная сторона листа. Сравнение подвоя и подвойно - привойной комбинации: e) адаксиальная сторона подвоя Измайловский; f) адаксиальная сторона Чермашная/Измайловский; g) абаксиальная сторона подвоя Измайловский; h) абаксиальная сторона Чермашная/Измайловский.

1. *Y. A. Darikova, E. A. Vaganov, G. V. Kuznetsova. and A. M. Grachev*. Changes in anatomical structure of tree rings of the rootstock and scion in heterografts of *Siberian pine.* (2013). *Trees* 27, 1621–1631. doi: 10.1007/s00468-013-0909-6

2. *R. J. Garner*. The Grafter's Handbook. 6th Edn. London: Octopus Publishing Group, 2013, 5 – 64.

3. *M. Olmstead, N. S. Lang, F. W. Ewers, and S. A. Owens*. Xylem vessel anatomy of sweet cherries grafted onto dwarfing and nondwarfing rootstocks. (2006). *J. Am. Soc. Hortic. Sci.* 131, 577–585.

4. *K. Soumelidou, N. H. Battey, P. John, and J. R. Barnett*. The anatomy of the developing bud union and its relationship to dwarfing in apple. (1994), *Ann. Bot.* 74, 605–611. doi: 10.1006/anbo.1994.1161

5. *C. G. N. Turnbull, J. P. Booker, and H. M. O. Leyser*. Micrografting techniques for testing long-distance signaling in *Arabidopsis*. (2002). *Plant J.* 32, 255–262. doi: 10.1046/j.1365-313X.2002.01419.

Компьютерная программа для количественной оценки цифрового изображения бактерий полученного от электронного микроскопа

С.О. Навольнев

ФНИЦ институт эпидемиологии и микробиологии им. Н.Ф.Гамалеи, Москва, Россия

В медицинской микробиологии широко используется микроскопический метод исследования, в частности, метод электронной микроскопии. Однако, все еще часто применяется визуальный, субъективный метод оценивания препарата. Иногда используются компьютерные программы для анализа изображения микроорганизмов, но при этом определяют 4 - 6 параметров (в основном длину, площадь), что крайне недостаточно для такого сложного изображения как клетка.

Мы поставили цель разработать программу, которая давала бы возможность как можно более полно описать структуры на изображении микроорганизмов полученного от электронного микроскопа.

Используется цветовое пространство RGB «серый» цвет. Формат исследуемых файлов – bmp, но можно и jpg.

Программа основана на выделении определенных яркостных областей в исследуемом цифровом изображении - имеющие минимум яркости и более яркие края.

Программа усредняет изображение для удаления «микропиков» яркости, ищет минимумы яркости, отражающие количество электронно-плотного материала. Для этого из каждого пикселя изображения испускается пучок векторов с ограниченной длиной, вектор останавливается, коснувшись более яркого пикселя. Подсчитывается количество векторов, направленных в сторону большей яркости. Для области с минимумом яркости все вектора будут направлены в сторону большей яркости, для равномерно изменяющегося слоев яркости – 50%, в центре однородной яркости – ни одного.

Программа визуализирует области, в которых содержится более 80% таких векторов. Программа делает график частот встречаемости яркостей, рисует внешний контур, может визуализировать яркость в псевдоцветах, используя последовательность цветов радуги.

Исследовали фотографии *Iersinia pseudotuberculosis* взятых из [3].

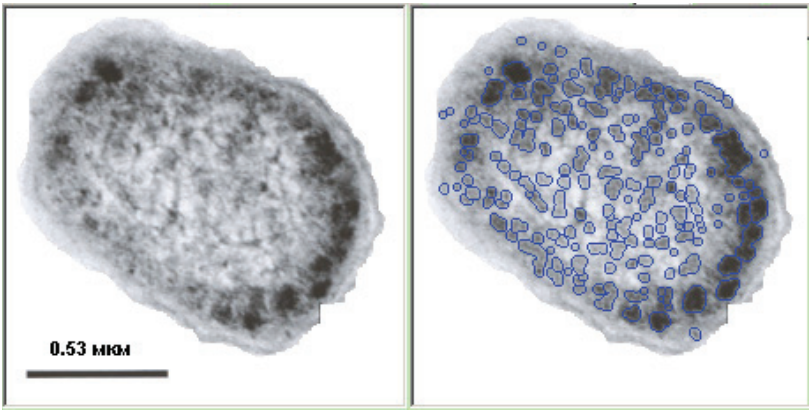


Рис. Электронно-микроскопическая фотография бактерии *Iersinia pseudotuberculosis*, справа с выделенными программой областями.

Программа выделяет на изображении *Iersinia pseudotuberculosis* 300-500 областей, большинство которых приблизительно совпадают с визуальным выделением окрашенных пятен. Для каждой области программа рассчитывает площадь, суммарную интенсивность окраски, максимальную интенсивность окраски, вытянутость, координаты и некоторые другие параметры. Она собирает с каждого изображения одной бактерии несколько тысяч данных, строит график частот встречаемости для каждого параметра, что позволяет выделить пятна в отдельные группы. Программа используется также и для количественного определения различий в морфологии при изучении влияния на бактерии различных условий. Программа написана на Visual Basic 6.0 и может использоваться на IBM-совместимых компьютерах с Windows XP и выше. Время обработки одного изображения размером 200x200 пикселей без визуализации промежуточных результатов при использовании процессора Пентиум несколько секунд.

1. *Диденко Л.В., Навольнев С.О.,* Программа для анализа биологических микрообъектов на изображениях полученных от электронного микроскопа. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2012. Аннотации докладов. В 3 томах. Т. 1.Инновационные ядерные технологии. Высокие технологии в медицине. М.: НИЯУ МИФИ, 2012 С. 286.
2. *Навольнев С.О. Диденко Л.В.* Программа для определения морфологических особенностей микрообъектов на изображениях полученных от микроскопа. МедАлфавит. Лаборатория. 2010, №1, с. 39-40
3. *Сомова Л.М. и др*. Ультраструктура патогенных бактерий в разных экологических условиях. Владивосток, Медицина ДВ, 2009, 200 с.

Растровая электронная и зондовая микроскопии в исследовании микро- и наноразмерной топографии поверхности имплантатов с биоактивным покрытием

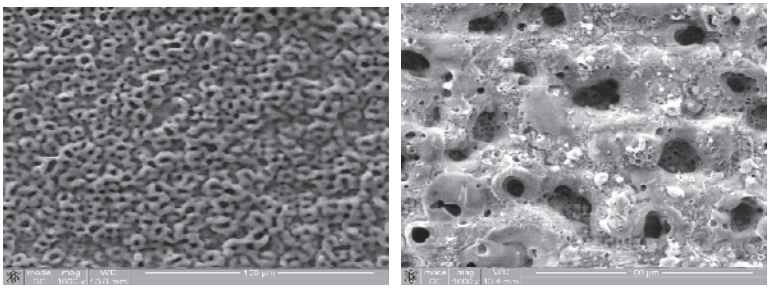
С.В. Надеждин, Е.В. Зубарева, Ю.Е. Бурда, Ю. Р. Колобов, М.Б. Иванов, Г.В. Храмов, А.Ю. Афанасьев

Белгородский государственный национальный исследовательский университет, г. Белгород, Россия

Сегодня в современном медицинском материаловедении преобладают исследования, касающиеся разработок новых композиционных материалов с оптимальными физико-химическими свойствами для репаративной регенерации костной ткани. Целью исследования явилось изучение методами растровой электронной (РЭМ) и зондовой атомно-силовой микроскопии (АСМ) способности новых композиционных материалов обеспечивать остеогенез и остеоинтеграцию. Исследование выполнено на 16 инбредных крысах самцах линии Вистар с применением методики эктопического остеогенеза, согласно ГОСТа ISO 10993-5-2011. Имплантаты из титана с биоактивным покрытием были изготовлены с применением технологии микродугового оксидирования на базе Центра «Наноструктурные материалы и нанотехнологии» НИУ «БелГУ». Первой группе животных под кожу были имплантированы образцы из сплава марки ВТ6 с покрытием крупнопористого типа (ВТ6-КП), второй группе из сплава марки ВТ1-0 с покрытием микропористого типов (ВТ1-0-МП). После истечения 60 суток, животных умерщвляли передозировкой парами эфира, извлекали имплантаты с фрагментами ткани. Гистологические срезы получали на ротационном микротоме (SLEE CUT6062, SLEE Medical GmbH, Германия), которые окрашивали гематоксилин - эозином. Анализ препаратов проводили на световом микроскопе Eclipse E200 (Nikon, Япония). Исследование морфологии и характера интеграции соединительнотканных элементов регенерата осуществляли при помощи РЭМ Quanta 200 3D (FEI Company, США). До инокуляции имплантаты изучали с помощью РЭМ Quanta 600 FEG, (FEI Company, США) и АСМ Nanoeducator (NT-MDT Company, Россия). Статистическую обработку количественных данных проводили с помощью пакета анализа данных Statistica 6.0.

В ходе исследования было установлено, что все имплантаты биосовместимы и способны поддерживать гистотипическую дифференцировку клеток соединительнотканного регенерата. При этом они имели более существенные различия по физическим характеристикам поверхности покрытия. Так, поверхность имплантатов ВТ6-КП имела шероховатость

234,18±100,41 нм, а у образцов ВТ1-0-МП она составляла 133,93±29,03 нм (при $p<0,01$). Перепады высот рельефа имплантатов составляли 3,89±1,31 мкм для имплантатов – ВТ6-КП и 1,88±0,71 мкм для имплантатов – ВТ1-0-МП (при $p<0,01$). На имплантатах ВТ6-КП диаметр пор варьировал от 0,1 до 25,5 мкм, тогда как на образцах ВТ1-0-МП от 0,1 до 5 мкм. Толщина слоев биоактивного покрытия составила 30,7±6,5 мкм на имплантатах ВТ6-КП и 11,5±1,0 на образцах ВТ1-0-МП.



а) *б)*

Рис. 1. . Изображения СЭМ (Quanta 600 FEG) (на вставках): а) поверхности имплантата ВТ1-0-МП; б) поверхности имплантата ВТ6-КП.

В ходе гистологического исследования тканевых образований, выросших из столбика костного мозга на биоактивных поверхностях в тесте эктопического остеогенеза установлена зависимость характера гистогенеза от структуры поверхности биоактивных покрытий имплантатов. Так, в группе №1 (ВТ6-КП) четко определяется остеоидная ткань, тогда как в группе №2 (ВТ1-0-МП) отмечаются небольшие фрагменты костной ткани, окруженные волокнами рыхлой и плотной соединительными тканями. Площадь сформированной остеоидной ткани была наибольшей в группе №1 составила 800±2,45 мкм^2, в группе №2 – 300±4,03 мкм^2. Исследование поверхности имплантатов при помощи РЭМ подтвердило наличие как фиброзной соединительнотканной прослойки, так и остеоидной ткани. Было установлено, что коэффициент плотности соединительнотканных элементов на поверхности образцов ВТ6-КПор составил: 70% - фиброзная соединительная ткань и 30% - остеоидная ткань, у образцов ВТ1-0-МПор: 90% - фиброзная соединительная ткань и 10% - остеоидная ткань. Полученные данные свидетельствуют о том, что на образование и интеграцию костной ткани с имплантатом существенное влияние оказывают физико-химические свойства поверхности, которые определяются следующими параметрами: 1. толщиной слоя покрытия; 2. наличием пор различного калибра; 3. наличием в слое покрытия сообщающихся внутренних каналов; 4. химическим составом как покрытия включая металлическую основу.

A revision of the genus *Leberis* Smirnov, 1989 (Cladocera: Chydoridae) in the Old World and Australia based on light and scanning electron microscopy

A.N. Neretina[1], S.I. Metelev[1,2]

1 A.N. Severtsov Institute of Ecology and Evolution, Leninsky Prospect 33, Moscow, 119071, Russia
2 I.D. Papanin Institute for Biology of Inland Waters, Borok, Nekouzskii Raion, Yaroslavskaya Oblast, 152742, Russia

The family Chydoridae (Crustacea: Cladocera) is now under revision using morphological and molecular genetic methods. Especially strong efforts are paid to the revision of *Alona* s.lat. The genus *Leberis* Smirnov, 1989 belongs to the advanced *elegans*-clade within this group. Over the past twenty years, the number of new and redescribed taxa in *Leberis* has increased substantially; five valid species are recognized in the world fauna, but uncertainty with the status of some taxa remains. For a long time, only *Leberis diaphanus* (King, 1853) was mentioned in faunistic publications on cladocerans of the Old World and Australia. This taxon was originally described from Australia. Indian *Leberis*-like taxon, *Alona punctata* Daday, 1898, was forgotten due to an inadequate description and naive illustrations. After morphological investigations of specimens from two Indian localities, we have concluded that, in fact, these populations differ from *L. diaphanus* and represent a separate taxon. Therefore the aims of our study are: (1) to redescribe morphology of *A. punctata* and transfer it to the genus *Leberis*; (2) to compare its morphology with that in all known *Leberis* species in order to find features that are really significant for taxonomy of the genus; (3) to clarify the status of populations from the Old World via detailed investigations on morphology of parthenogenetic females.

We carried out an examination of numerous collection samples with specimens of *Leberis* from different water bodies of the Old World and Australia. In order to estimate the value of morphological features used in the taxonomy of this genus, we reexamined accessible material from Cuba and Mexico. Specimens of *Leberis* were carefully investigated under light (LM) and scanning electron microscopes (SEM). For LM appropriate specimens of *Leberis* were selected under stereoscopic microscope LOMO, placed on slides in the drop of glycerol and studied *in toto* under Olympus BX41. Several specimens from each population were dissected for investigation of appendages. Drawings made via a drawing tube were used for documentation of LM observations. Specimens from Australia, Ethiopia, India, Malaysia, the Republic of South Africa and Thailand were prepared for SEM as described previously [1] and investigated under Jeol JSM-840 A.

A detailed morphological comparison between populations of the *diaphanus*-group from Australia and India confirmed an independent status of *A. punctata*. As a result of our work, fine morphology of parthenogenetic females of this taxon was investigated based on LM and SEM for the first time. Morphological similarity between *A. punctata* and *Leberis* species allows us to transfer the former to the genus *Leberis.*

Re-examination of some fine morphological details in other *Leberis* species demonstrated, that presence of an accessory seta on limb I, a hillock on outer distal lobe and a rudimentary seta on the surface of inner distal lobe (IDL) are not suitable for discrimination of taxa. Also, presence of finger-like projections on epipodites of thoracic limbs III, IV and V is not taxonomically significant character. At the same time, shape of anterior margin of labral keel (wavy or convex), color and ornamentation of valves (light brown with moderately developed sculpture or dark brown and densely striated), length of a spine on the basal segment of exopod (shorter or longer than the middle segment), type of a short IDL seta on thoracic limb I and a ratio of longest distal seta to lateral most seta on exopodite of limb IV (less or more than 1.5) are significant features for discrimination of *Leberis* species. Two closest species, *L. diaphanus* and *L. punctatus*, clearly differ from each other in the details of thoracic limbs I and IV. A unique morphological feature of *L. punctatus* is structure of short seta on IDL of limb I. In the central part of this seta setules are more or less oligomerized and formed prominent denticles, whereas this seta in other species of *Leberis* feathered with a row of setules equal in thickness along the full length, without any tendency to oligomerization. Ratio of diagnostic setae on exopodite of limb IV in *L. punctatus* is more than 2.2., in *L. diaphanus* is about 1.5. There are no reliable differences between these species in outer morphology, morphology of antenna II and postabdomen, so dissection of specimens and following detailed study of limbs I and IV are necessary for accurate identification.

On the basis of morphological differences between species of *Leberis*, we clarified the status of populations from the Old World and Australia. *L. punctatus* and *L. diaphanus* have relatively broad distribution ranges. *L. punctatus* inhabits South Asia, Africa (Ethiopia, Madagascar and the Republic of South Africa) and penetrates Southeast Asia (Thailand). *L. diaphanus* is a widespread taxon in the water bodies of Australia, Southeast Asia (Malaysia, Thailand, Laos and Vietnam) and South China (Hainan Island). Despite the intensive studies, diversity of the genus *Leberis* in the Old World is underestimated yet, and further investigations are desirable, since locally distributed endemic species could be found as well.

The study was supported by the Russian Science Foundation (grant 14-14-00778).

1. *C. Laforsch, R. Tollrian.* Arch. Hydrobiol., 2000, 149, 587-596.

Формобразование «нанобактерии» в популяциях бактерий и дрожжей: ультраструктурный анализ

К.О. Овнанян, М.К. Овнанян

Институт молекулярной биологии НАН РА, 0014, Ереван, Армения

Введение. В настоящее время, несмотря на большое количество публикаций о нанобактериях(1), вопросы их наличия как отдельной систематической единицы остаются спорными. Для характеризации бактерий в качестве «нанобактерий», их можно причислять к микоплазмам и Л-трансформированным формам(2). Внедрение новых высокоразрешающих аналитических методов микроскопии прокариот и эукариот вскрыли новые структуры в поверхностных строениях бактерий, являющихся мишенью для физических, химических и биологически-активных стрессовых факторов. Цель данной работы – путем сравнительного ретроспективного анализа выяснить мотивации ультраструктуры общедоступных визуализированных структур бактерий и дрожжей.

Материал и методы. В работе был использован широкий спектр культур микроорганизмов, относящихся к разным таксономическим группам: *Escherichia coli* (штамм 1257), *Shigella flexnerii* (штамм 130),*Salmonella typhimurium* (штамм 546), *Candida guilliermondii NP-4M*.Ультраструктурный анализ действия ампициллина , четвертичного аммониевого соединения (ЧАС)А-660 проводили согласно методики определения минимальной подавляэщей концентрации антибиотиков методом серийных разведений, а также по инструкции бактерицидных свойств новых дезинфицирующих средств Биомасса дрожжей *Candida guilliermondii* была подвергнута рентгеновскому облучению общей дозой 270 Грей. Электронномикроскопические препараты подготовили с помощью общепринятых для просвечивающей (ПЭМ) и растровой (РЭМ) электронной микроскопии методов. Для анализа полученных данных использовали компьютерные наннотехнологические программы.

Результаты и обсуждения. В настоящей работе приведены данные о формирования «нанобактерий» в шигеллах в стационарной фазе роста (рис.1). Сферические гранулы с электроннoплотной цитоплазмой, находящиеся в полуоткрытой вакуоле, окружены мембраной и имеют размеры от 40-100 нм. После действия ЧАС-660 на *E.coli* обнаружено формирование «нанобактерий», имеющих строение грамотрицательных бактерий, плотно прилегающих на поверхности клеточной стенки кишечной палочки (рис.2). Некоторые из них связаны с помощью мостика с клеточной стенкой бактерий, создавая видимость отпочкования. На этих же биообразцах установлены мембранные выросты наружной мембраны клеточной стенки различной

длины (рис.3). В отдельных участках выростов просматриваются расщепления трехслойной мембраны.

В культурах C.guilliermondii как в контроле, а чаще и после рентген облучения, с помощью сканирующей электронной микроскопии на поверхности дрожжей просматриваются сферические образования, напоминающие «наночастицы» в процессе отпочкования (рис.4).

Заключение. Полученные нами данные свидетельствуют, что формообразования нанобактерии - подобных структур у шигелл, кишечной палочки связаны со старением культур, а также действием биоорганических, химических и физических стресс факторов внешней среды. Предпринятая нами попытка ультраструктурного анализа полученных результатов позволила систематизировать различные типы наноструктур некоторых бактерий и дрожжей.

Список литературы

[1]. *Robert J.C. Mc Lean, Brenda L. Kirland* (2014) Nanostructure and Nanobacteria.p.1-10,Nanomicrobiology: Physological and Environmental CharacteristicsL\ Eds .Lary Barton, Demis Bazilski, Huifang Xu. 125p. DOI 10.1007/978-14939-16672-1

[2]. *В.Д. Тимаков, Г.Я Каган* (1973) L-формы бактерий бактерий и семейство Mycoplasmataceae патологии. Изд. ”Медицина”. Москва, 385с.

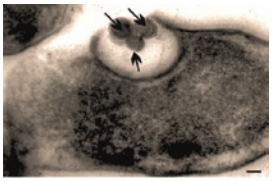


Рис.1.ТЕМ.Ультратонкий срез *Shigella Flexnerii* штамм” 120”. Стационарная фаза роста культуры, Выход “нанобактерий” сферических тельцов (→). Масштаб: 40 nm

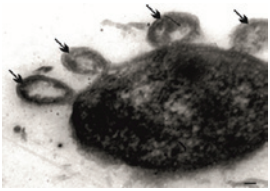


Рис.2. ТЕМ.Ультратонкий срез *E.coli “1257”.* Действие четвертичного аммониевого соединения на E.coli На поверхности наружной мембраны клеточной стенки формирование и отпочкование “нанобактерий” (→). Масштаб: 40 nm



Рис.3. ТЕМ.Ультратонкий срез *E.coli “1257.* Действие четвертичного аммониевого соединения на *E.coli*. Выросты(→) наружной мембраны клеточной стенки, вызывает эффект “нанобактерий”. Масштаб: 40 nm

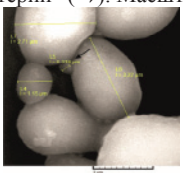


Рис.4. РЭМ.Культура дрожжей *Candida guilliermondii NP-4*. Действие рентген облучения на Cg. Видно отпочкование “нанобактерий” (→). Масштаб: 2 μm

Исследование структурных свойств композиционного энтеросорбента с помощью атомно-силовой микроскопии

М.В. Овчинникова, О.С. Кузнецов, Н.А. Сырова, А.К. Никифоров

ФКУЗ Российский научно-исследовательский противочумный институт «Микроб» Роспотребнадзора, г. Саратов, Россия

Разработка специфических сорбентов, направленная на повышение избирательности адсорбционных материалов, является одним из важных направлений современной биотехнологии. При иммобилизации активных лигандов на поверхности сорбционной матрицы происходит образование комплексов, которые целенаправленно действуют в организме. Для оценки процесса иммобилизации используются различные количественные и качественные методы исследований, среди которых одним из перспективных для изучения структурных особенностей и конформационных изменений микрообъектов, является атомно-силовая микроскопия (АСМ).

В целях создания специфического энтеросорбента для нейтрализации экзотоксина холерного вибриона в качестве матрицы-носителя использовали некрахмальный полисахарид хитозан, в качестве активного лиганда – антитоксические противохолерные иммуноглобулины. Специфический модификант хитозана получали адсорбцией носителя с раствором иммуноглобулина с расчетной концентрацией белка.

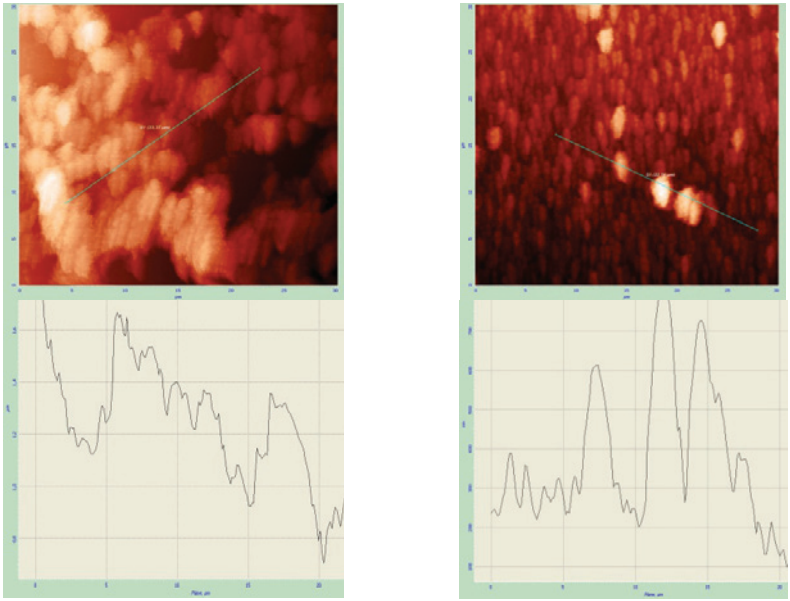
Визуализацию специфической модификации хитозана и изучение структурных свойств полученного композита проводили на АСМ микроскопе SolverP47-PRO (NT-MDT, Россия), используя полуконтактный метод исследования с применением кремниевых кантилеверов, напыленных золотом NSG01 (NT-MDT, Россия), резонансная частота кантилевера составляла 120 кГц, константа жесткости – 5.5 Н/м). Обработка изображений выполнялась в программе Nova (NT-MDT, Россия). Размер области сканирования образцов составил 30х30 мкм.

Полученные микрофотографии демонстрировали различную поверхностную организацию энтеросорбентов. Структура свободной хитозановой матрицы представлена хаотично расположенными микрочастицами размером от 0,1 до 1 мкм, образующими многослойный ячеистый, размером 10-15 мкм, слой геля (рис. 1А). Разные размер и форма обусловлены склонностью наночастиц к агрегации, определяемой водородными связями и дисперсионным взаимодействием между макромолекулами хитозана, а также элементарной сорбцией различного количества растворителя. Фильтрация изображений выявляет границы областей, имеющих различную высоту, контрастирования локальных

неоднородностей частиц хитозана и его модификанта (рис. 1Б).

Более упорядоченное строение хитозановой матрицы после адсорбционной иммобилизации на ее поверхности белковых молекул, отражает суть гелевой иммобилизации с включением в трехмерную сетку матрицы-носителя молекул белка. Согласно профилю, диаметр частицы модифицированного хитозана составляет также от 0,1 до 1 мкм. Наличие пиков на срезе свыше 500 нм на фоне остристости до 140 нм, свидетельствует о присутствии нанослоев молекул иммуноглобулина.

Таким образом, с помощью атомно-силовой микроскопии можно визуализировать процессы специфической модификации хитозана, с целью детального изучения эффективности иммобилизации активных лигандов на матрицах-носителях.



А Б

Рис. 1. АСМ-изображения хитозана:
А — исходная форма; Б — модифицированный иммуноглобулинами.
Верхний ряд – отрезками обозначены выбранные зоны сечения поверхности;
Нижний ряд, графики – рельеф поверхности выбранной зоны.

Распределение элементов Na, Cl и K в системе целого растения у галофита *Suaeda altissima* (L.) Pall

Ю.В. Орлова[1], О.В. Майорова[1], Л.А. Халилова[1], Н.А. Мясоедов[1], Ю.В. Балнокин[1,2]

1 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физиологии растений им. К.А. Тимирязева Российской академии наук,127276, г. Москва
2 Федеральное государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119234, г. Москва

Важную роль в солеустойчивости растений играют механизмы дальнего транспорта ионов, т.е. транспорта в системе целого организма. Считается, что солеустойчивые растения обладают способностью избегать накопления Na^+ и Cl^- в молодых тканях и генеративных органах, депонируя их в частях растений, не несущих большой метаболической нагрузки. Общепринято также, что солеустойчивые растения (в отличие от несолеустойчивых) эффективно регулируют внутриклеточное содержание K^+. В работе исследовали распределение элементов Na, Cl и K по органам и тканям с целью оценить пути движения Na^+, Cl^- и K^+ в системе целого растения и выявить места депонирования Na^+и Cl^- у галофита *S. altissima*. Растения выращивали в условиях водной культуры при разных концентрациях NaCl в питательном растворе. Содержание Na, Cl и K в тканях оценивали, с помощью энерго-дисперсионной спектрометрии с использованием сканирующего электронного микроскопа JEOL-JSM-840A с системой элементного анализа PGT.

Показано, что с увеличением концентрации NaCl в питательном растворе содержание Na и Cl в тканях вегетативных органов возрастает. При этом в корне содержание Na и Cl было выше в коре и эпидерме, чем в центральном цилиндре (рис. 1а). В корневой шейке, т.е. в зоне перехода от корня к стеблю, содержание Na и Cl было значительно больше в периферических тканях (вторичная флоэма и экзодерма), чем в тканях, расположенных ближе к центру (камбий, вторичная ксилема и сердцевина). Наибольшее содержание Na и Cl в стебле было обнаружено в паренхимных клетках сердцевины и наружных тканях (вторичная флоэма, экзодерма) (рис. 1б). Относительно низкое содержание Na и Cl было характерно для проводящих элементов ксилемы стебля. Распределение Na и Cl по тканям листа также носило дифференциальный характер. Больше всего этих элементов содержалось в клетках водоносной паренхимы (рис. 1в). Na в значительных количествах накапливался также в фотосинтезирующих тканях, особенно в

клетках хлоренхимной обкладки. Хлора в фотосинтезирующих тканях содержалось заметно меньше.

Калий накапливался в разных тканях корня, стебля и листа контрольных растений. При засолении его содержание в стебле и листе резко снижалось. (рис.1б,в), тогда как в корне оставалось практически на уровне контрольных растений (рис.1а). В отсутствие засоления больше всего содержалось К в тех тканях стебля и листа, которые проявили себя как места депонирования Na и Cl при засолении. Особенно много К, у контрольных растений было обнаружено в сердцевине и эпидерме стебля, а также в водоносной паренхиме листа.

Мы предположили, что транспорт Na^+ и Cl^- в восходящем направлении в корне осуществляется как по клеткам коры и эпидермы, так и по элементам ксилемы. Таким образом, в корне ксилема, по-видимому, не является единственным транспортным путем в восходящем направлении для этих ионов. В корневой шейке Na^+ и Cl^- загружаются во вторичную ксилему и с восходящим током ксилемного сока через стебель попадают в лист. Разгрузка ксилемы осуществляется в водоносной паренхиме листа, откуда Na^+ и Cl^- попадают в разные ткани листа. Основными депо для Na^+ являются клетки сердцевины стебля и клетки хлоренхимной обкладки листа, а для Cl^- – это клетки коры и эпидермы корня, клетки сердцевины стебля и водоносной паренхимы листа. Значительное содержание Na и Cl в периферических тканях стебля и корневой шейки можно отнести к транспорту этих ионов в нисходящем направлении по флоэме. В контроле, когда наружные концентрации Na^+ и Cl^- были низкими, накапливающиеся у *S. altissima* в надземных органах K^+ замещал Na^+, внося существенный вклад в снижение водного потенциала клеток побега. В условиях засоления основной вклад в снижение водного потенциала надземных органов вносят Na^+ и Cl^-.

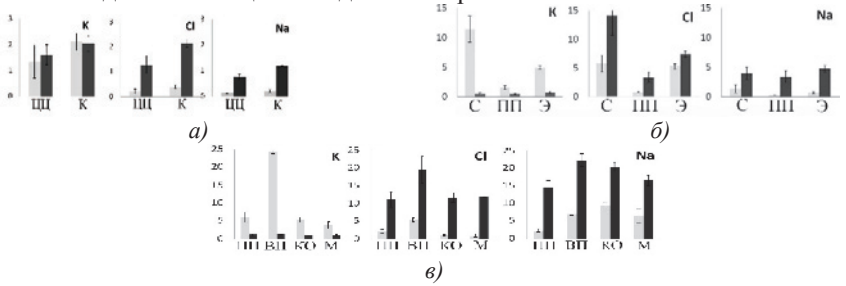


Рис. 1. Распределение Na, K, Cl по тканям органов *S. altissima* при разных концентрациях NaCl в среде (светлые столбики – 0 мМ, темные столбики – 750 мМ); (а) корень, (б) стебель, (в) лист. ЦЦ – центральный цилиндр, К – кора, ПП – проводящий пучек, С – сердцевина, Э – эпидерма, ВП – водоносная паренхима, КО – клетки обкладки, М – мезофилл.

Работа поддержана грантом РФФИ 15-04-04712а.

Ультраструктурные изменения слизистой желудка и двенадцатиперстной кишки при язвенной болезни

С.В. Пичугова[1,3], Н.О. Щанова[2], Л.В. Прохорова[2], Л.Г. Тулакина[1], А.В. Клейн[1], Я.Б. Бейкин[1,3]

[1]МАУ «Клинико-диагностический центр», 620144, г. Екатеринбург, ул.8Марта , 78 «В»
[2]ООО МО «Новая больница», 620019,г. Екатеринбург, ул. Заводская, 29
[3]ФГБУН «Институт иммунологии и физиологии» УрО РАН, 620049, Екатеринбург, ул. Первомайская, 106

Язвенная болезнь (ЯБ) желудка и двенадцатиперстной кишки (ДПК) – хроническое рецидивирующее заболевание, характеризующееся образованием язвенного дефекта в слизистой оболочке желудка или ДПК в результате преобладания факторов агрессии над защитными факторами гастродуоденальной зоны пищеварительного тракта, склонное к прогрессированию и развитию осложнений [1]. Несмотря на большое количество работ по данной теме, многие вопросы патогенеза, клиники и лечения остаются спорными, что обусловливает актуальность проблемы изучения ЯБ [2]. Открытие H. pylori (HP) фундаментально изменило концепцию этиопатогенеза ЯБ. Однако, несмотря на неоспоримые успехи, внедрение в клиническую практику различных схем эрадикационной терапии HP, ЯБ желудка и ДПК остаются самыми распространенными заболеваниями пищеварительной системы. В частности, нашли свое отражение результаты комплексных исследований, посвященных анализу патогенетического значения сосудистых изменений [3]. Для оценки особенностей ультраструктурных изменений слизистой оболочки желудка и ДПК при ЯБ были исследованы биоптаты гастродуоденальной слизистой у 67 пациентов до лечения и после проведения эрадикационной терапии. На ультраструктурном уровне в биоптатах слизистого слоя желудка и ДПК обнаружены очаги локальной деструкции в эпителиальных клетках слизистого слоя (рис.1), язвенные дефекты и HP (рис. 2). Выявлены изменения сосудов слизистого слоя: спазм сосудов (рис.3), набухание эндотелия (рис.4), приводящие к сужению просвета сосудов. В некоторых сосудах отмечается истончение сосудистой стенки и эндотелиоцитов, что может обусловить ее повышенную проницаемость и приводить к кровотечениям. На фоне проводимого лечения регресс клинической симптоматики отмечался к 3-4 дню эрадикационной терапии, а через 2 недели от начала терапии достигнуто полное рубцевание язвенных дефектов (64 чел.), либо их существенное уменьшение в размерах. При контрольной ФГДС через 8 недель после окончания эрадикации у всех пациентов констатировалось полное заживление язвенных дефектов. На ультраструктурном уровне у большинства пациентов также отмечалось полное или частичное восстановление слизистого слоя желудка и ДПК.

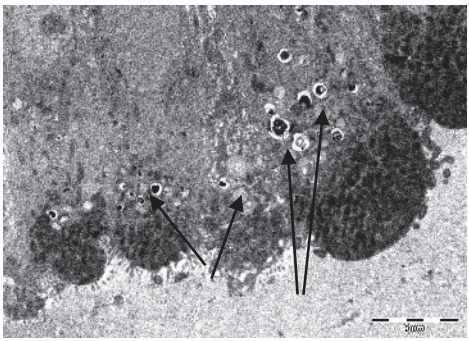


Рис.1 Очаги локальной деструкции в эпителиальных клетках слизистой желудка. х 3500

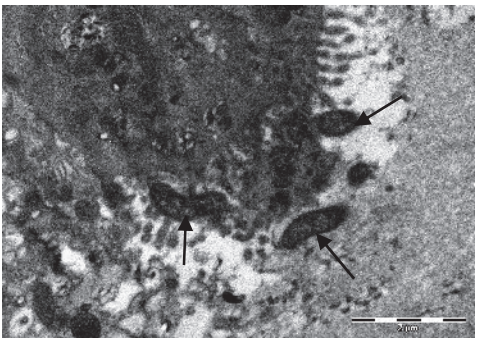


Рис.2 Язвенный дефект слизистой желудка, НР (стрелки). х 11 000

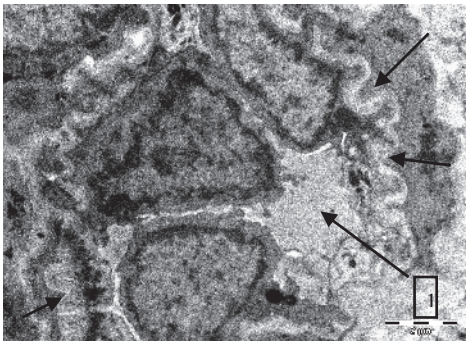


Рис.3 Поперечный срез сосуда. Спазм сосуда, сужение его просвета (1). х 7100

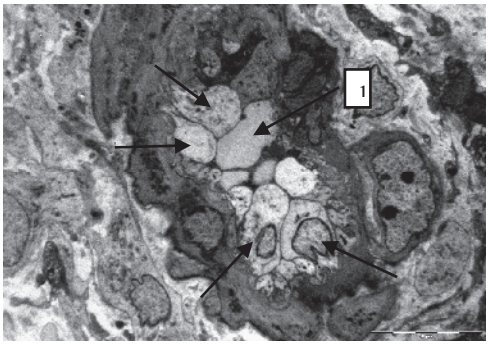


Рис.4. Поперечный срез сосуда. Набухание эндотелиоцитов, сужение просвета (1). х 2200

Но, практически у всех пациентов, сохранялись изменения сосудов разной степени выраженности, что приводит к ишемии ткани, нарушению процессов регенерации. Таким образом, **качество** восстановления ультраструктур слизистого слоя желудка и ДПК, а не скорость заживления язвы определяет излеченность пациента и является наиболее важным фактором в оценке риска рецидива язвы.

1. *Пиминов С.И. Эзофагит, гастрит и язвенная болезнь. Н. Новгород, издательство НГМА.- 2000.- 376 с.*
2. *Arakava T., Higushi K., Fujiwara Y., et al. Has helicobacter pylori Fradication for Peptic Ulcer Been Overrated? Internal Medein. 2004. V.43, N3. P.179-183.*
3. *Парпибаева Д.А., Сагатов Т.А. , Шакирова DT , Нарзиев Н.М. Состояние микрогемоциркуляции и ее коррекция при язвенной болезни двенадцатиперстной кишки в период реабилитации. Врачебное дело. – 2009. - №7/8. - с.90-93.*

Изменения структуры семенной вены при варикоцеле

С.В. Пичугова[1,4], С.Ю. Комарова[2], Л.Г. Основин[3], Л.Г. Тулакина[1], А.В. Клейн[1], Я.Б.Бейкин[1,4]

[1]МАУ «Клинико-диагностический центр», 620144, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 78 «В»;
[2]ГБОУ ВПО УГМУ, 620028, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3;
[3]МАУ Детская городская клиническая больница №9,620134, г. Екатеринбург, ул.Решетская, 51;
[4]ФГБУН «Институт иммунологии и физиологии» УрО РАН, 620049, Екатеринбург, ул. Первомайская, 106

Варикоцеле является одним из самых распространенных андрологических заболеваний у детей и в основном распознается с 9-летнего возраста, достигая 12% у подростков [1,2]. За последние годы достигнуты значительные результаты в изучении варикоцеле у детей, но до сих пор остается ряд нерешенных вопросов, касающихся этиопатогенеза и определения тактики лечения детей и подростков [1,2]. В настоящее время большинство специалистов признают полиэтиологичность возникновения варикоцеле [1]. При варикоцеле выделяют 3 вида сосудов и неясным остается вопрос, является это внутриутробным нарушением формирования левой тестикулярной вены или это связано с нарушением гемодинамики [3]. Проведенные морфологические исследования позволяют сделать вывод о вторичном изменении стенки сосуда при развитии варикоцеле, наслаивающимся на комплекс нарушенного ангиогенеза по типу венозной мальформации. На наличие дегенеративных изменений в сосудистой стенке также указывают и ультраструктурные изменения в тестикулярной вене при варикоцеле [3]. С целью исследования ультраструктурных характеристик семенных вен при варикоцеле у 21 мальчика в возрасте от 11 до 17 лет были взяты биоптаты вен во время проведения варикоцелэктомии. На обзорных снимках оценивали складчатость сосудистой стенки, признаки деструкции в эндотелиоцитах, периваскулярную соединительную ткань. На поперечном срезе нормальной вены видна ровная сосудистая стенка без «инвагинаций» и утолщений, гладкомышечные клетки просматриваются вблизи внутренней эластической пластинки, соединительнотканный компонент представлен плотными пучками волокон, эндотелиоциты образуют интактную эндотелиальную поверхность (рис.1). При варикоцеле на поперечном срезе тестикулярных вен отмечается складчатость сосудистой стенки от незначительной до выраженной, с формированием углублений и карманов (рис.2). Эндотелиоциты ориентированы в просвет сосудов, диагностируются признаки их деструкции различной степени выраженности: нарушение целостности цитоплазматической мембраны, обнаруживаются очаги локальной деструкции и вакуолизации цитоплазмы, разрежение хроматина, разрыхление ядерной мембраны, набухание митохондрий, отмечается деструкция крист и просветление митохондриального матрикса (рис.3).

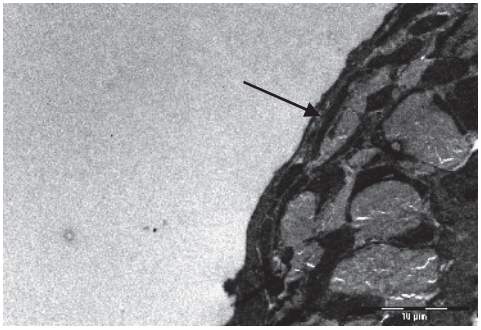


Рис.1 Участок поперечного среза семенной вены в норме, ровная, интактная поверхность х 2200

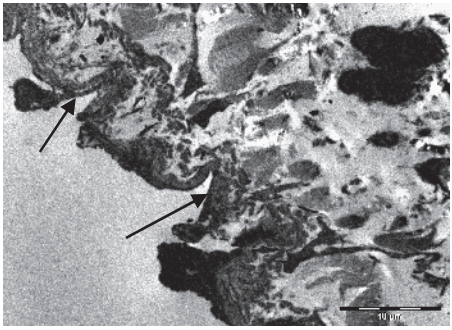


Рис.2 Участок поперечного среза семенной вены при варикоцеле, складки сосудистой стенки. х 2200

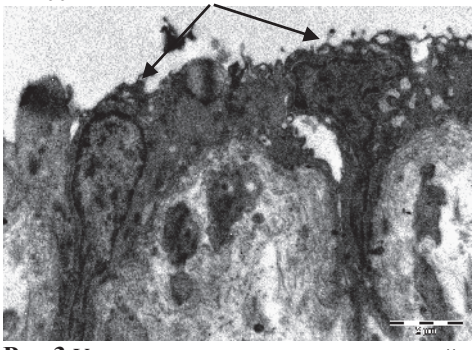


Рис.3 Участок поперечного среза семенной вены, эндотелиоциты с признаками деструкции. х 5600

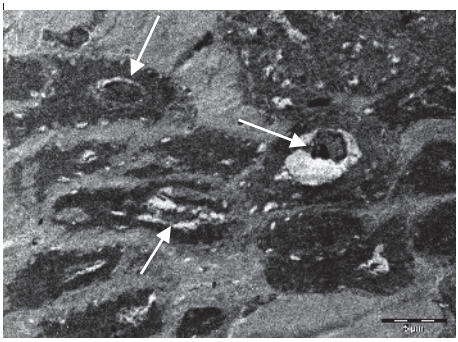


Рис.4 Гладкомышечные клетки сосудистой стенки, фрагментация и пикноз ядер. х 2200

Цитоплазма гладкомышечных клеток осмиофильная, бедна органеллами, ядра с неровными контурами, щелевидными углублениями, некоторые фрагментированы и пикнотичны (рис.4). Выявленные ультраструктурные изменения стенки семенных вен могут свидетельствовать о мальформации сосудистой стенки при варикоцеле и сопровождающей ее эндотелиальной дисфункции.

1. *Окулов А.Б., Казанская И.В. Детская ли болезнь варикоцеле? Детская хирургия №4, 2009, стр. 32-35*
2. *Коварский С.Л., Меновщикова Л.Б., Дерунова Т.И. Варикоцеле в детском возрасте. Детская хирургия №6, 2008, стр. 50-53*
3. *Севергина Э.С., Леонова Л.В., Коварский С.Л. и др. Морфологическое прочтение биоптатов сосудов, полученных при оперативном лечении варикоцеле у детей. Детская хирургия №6, 2009, стр. 28-31*

Ультраструктурные изменения яичка при крипторхизме

С.В. Пичугова[1,4], С.Ю. Комарова[2], Е.В. Гайдышева[3], Л.Г. Тулакина[1], А.В. Клейн[1], Я.Б. Бейкин[1,4]

[1]МАУ «Клинико-диагностический центр», 620144, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 78 «В»
[2]ГБОУ ВПО УГМУ, 620028, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3
[3]МАУ Детская городская клиническая больница №9,620134, г. Екатеринбург, ул.Решетская, 51
[4]ФГБУН «Институт иммунологии и физиологии» УрО РАН, 620049, Екатеринбург, ул. Первомайская, 106

Семенники опускаются в мошонку до рождения мальчика и, если этого не происходит, возникает крипторхизм, являющийся риском нарушения репродуктивной функции и возникновения рака яичка в результате отклонения в развитии зародышевых клеток герминативного эпителия [1]. Крипторхизм –одна из наиболее распространенных половых аномалий в детской урологии, она регистрируется у 1-4% доношенных и 30% недоношенных мальчиков [2,3]. В настоящее время этиология крипторхизма считается многофакторной [2].

Примитивные стволовые клетки присутствуют в яичке на момент рождения. Активация конкретных генов приводит к регулируемой пролиферации и дифференцировке клеток сперматогенеза [3]. Образованные сперматогонии типа А сохраняются в течение всей жизни, поскольку они являются стволовыми клетками будущего сперматогенеза, а их превращение из новорожденных гоноцитов является ключевым шагом в развитии послеродовых зародышевых клеток [3]. При крипторхизме происходит недостаточная гормональная стимуляция дифференцировки половых клеток и это приводит к снижению их количества в канальцах [3]. Более высокая температура в брюшной полости, чем в мошонке обусловливает развитие теплового шока и повреждение половых клеток. Цель исследования – выявить ультраструктурные изменения герминативного эпителия яичек при крипторхизме. Исследованы биоптаты яичек у 25 мальчиков с крипторхизмом в возрасте от 1,5 до 15 лет. В норме в яичке преобладают канальцы, в просвете которых видны клетки герминативного эпителия со светлой цитоплазмой, округлыми ядрами с четкими ровными контурами, гомогенного вида хроматином (рис.1). При крипторхизме наиболее часто обнаружены канальцы, в которых преобладают клетки герминативного эпителия с признаками деструкции (темная, вакуолизированная цитоплазма, нередко с очагами локальной деструкции; пикноз ядер, разрыхление ядерной мембраны, набухание митохондрий, отмечается деструкция крист, просветление митохондриального матрикса), а клетки с типичной структурой являются единичными (рис.2). В некоторых случаях в просвете канальцев обнаружены только клетки герминативного эпителия с признаками деструкции (рис.3). В одном случае в толще стромы яичка выявлены единичные канальцы с аплазией герминативного эпителия (рис.4).

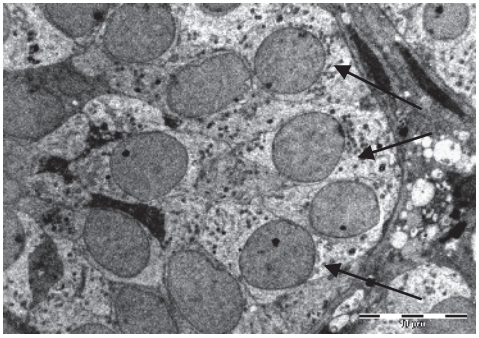


Рис.1 Поперечныйсрез семенного канальца в норме, клетки герминативного эпителия,типичная структура. х 2200

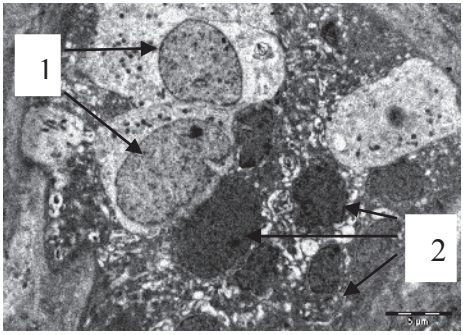


Рис.2 Поперечный срез семенного канальца. Клетки герминативного эпителия типичной структуры (1) и с признаками деструкции (2). х 2200

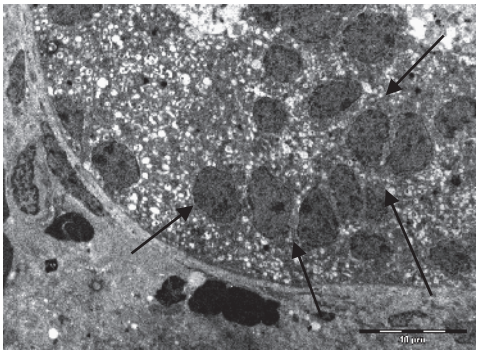


Рис.3 Поперечный срез семенного канальца. Клетки герминативного эпителия с признаками деструкции. х 2200

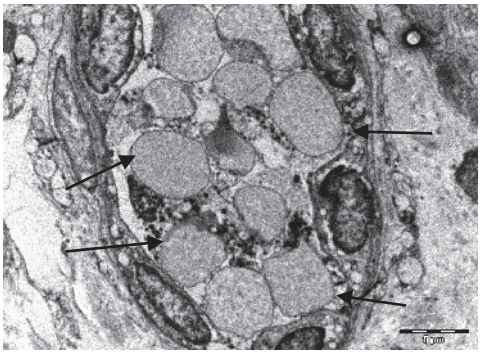


Рис.4 Поперечный срез семенного канальца. Аплазия герминативного эпителия. х 2200

Проведенное исследование позволило выявить выраженные деструктивные изменения герминативного эпителия семенных канальцев при крипторхизме.

1. *Li R., Vannitamby A., Meijer J., Southwell B., Hutson J.* // Postnatal germ cell development during mini-puberty in the mouse does not require androgen receptor: implications for managing cryptorchidism / J Urol. 2015. Vol. 193, No 4. P. 1361-7.
2. *Kollin C., Ritzén E.M.* Cryptorchidism: a clinical perspective / Pediatr Endocrinol Rev. 2014. Vol. 11. Suppl. 2:240-50.
3. *Goel P., Rawat J.D., Wakhlu A., Kureel S.N.* Undescended testicle: An update on fertility in cryptorchid men / Indian J Med Res. 2015. Vol. 141, No 2. P. 163-71.

Электронно-микроскопическое изучение локализации наночастиц TIO_2 в тканях различных органов крыс при пероральном введении в остром и хроническом опытах

С.М. Придворова, Т.А. Платонова, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев

«ФИЦ Нанотехнологии» Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт биохимии им.А.Н.Баха РАН, 119071, г. Москва,Ленинский пр.33

Проведено электронно-микроскопическое изучение влияния водных дисперсий НЧ TiO_2 ((NM-101, cat.# 07853, from Institute for Reference Materials and Measurements, Belgium) на ткани слизистой оболочки тонкого кишечника, Пейеровой бляшки кишки, печени и легкого крыс при пероральном введении растворов НЧ в трех концентрациях (30,100,250 мг/кг веса крыс) в остром (1 сутки) и хроническом (30 суток) опытах. В качестве контроля анализировали те же органы крыс без добавления НЧ. Изучение проводили на материале, фиксированном двумя способами: 1) глутаровый альдегид + формальдегид– для выявления НЧ в тканях и 2) глутаровый альдегид + формальдегид с дофиксацией OsO_4 - для идентификации локализации НЧ в тканях и внутриклеточных структурах исследованных органов крыс. Дополнительного контрастирования срезов уранилацетатом и цитратом свинца не проводилось, чтобы избежать маскировки НЧ в тканях. Детекцию НЧ в срезах тканей проводили на электронном микроскопе JEM-100CX («Jeol» Япония). Для определения кристаллической природы обнаруженных НЧ был использован метод дифракции электронов. Показано присутствие НЧ TiO_2 от одиночных (5-10 нм) до сложных агрегатов (100 нм) (в остром) и крупных (200-400 нм) конгломератов НЧ (в хроническом опыте) в тканях исследованных органов животных. В остром опыте в тканях селезенки и легкого агрегаты и конгломераты НЧ обнаружены не были, либо встречались очень редко (в тканях легкого). В остром и хроническом опытах установлено усиленное накопление НЧ клетками Пейеровых бляшек тонкой кишки, что объясняется их физиологической ролью, связанной с изоляцией чужеродных агентов. В хроническом опыте отмеченые изменения в тканях селезенки и легкого носят размер-независимый и однонаправленный характер, что является адаптационно-приспособительным откликом на длительное (30 дневное) воздействие НЧ TiO_2. Наблюдается усиление фагоцитарной активности лимфоцитов, увеличение числа макрофагов, в функции которых входит очищение тканей органов от чужеродных веществ, в том числе и от НЧ.

Локализация НЧ TiO_2 во многих внутриклеточных структурах приводит в ряде случаев к отдельным ультраструктурным изменениям в клетках тканей органов животных. Полученные данные свидетельствуют о том, что

при пероральном введении водных дисперсий НЧ TiO_2 в разных концентрациях НЧ способны проникать через эпителиальный барьер тонкой кишки и Пейеровой бляшки в печень и селезенку, и, в меньшей степени, в легкие животных при всех исследуемых дозах как в остром, так и в хроническом опытах.

Таким образом, концентрация НЧ в тканях легких значительно снижена по сравнению с другими изученными органами только в остром опыте. В хроническом опыте отмечено усиленное накопление НЧ во всех органах. Не наблюдается прямой зависимости между уровнем функциональной нагрузки НЧ TiO_2 на органы животных и их содержанием в срезах тканей.

Работа выполнена при поддержке Managing risks of nanomaterials (Управление рисками наноматериалов) Седьмой Рамочной Программы Европейского Сообщества, Контракт №236215 (MARINA).

Исследование эмбриогенеза орхидных с помощью методов конфокальной лазерной микроскопии

А.С. Рябченко, А.В. Бабоша, Г.Л. Коломейцева

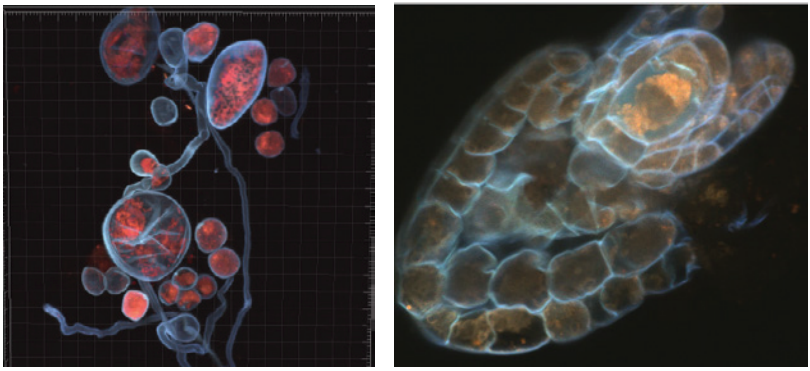
ФГБУН Главный Ботанический сад им. Н.В. Цицина РАН
127276 г. Москва, ул. Ботаническая д.4, e-mail: marchellos@yandex.ru

В оранжерейных условиях имеется ряд трудностей, связанных с получением полноценных семян и пыльцы у тропических и субтропических орхидей [1,2]. Прежде всего, это ограниченное число коллекционных образцов из разных популяций и связанная с этим самонесовместимость при опылении.

Целью нашей работы является изучение особенностей опыления, оплодотворения, развития зародышей орхидей в условиях оранжерейного культивирования.

Пыльцевые зерна окрашивали водным раствором калькофлуора (1–5 мг/мл) в течение 10–15 мин с последующей промывкой дистиллированной водой. Срезы завязей с семязачатками помещали в раствор 10 мг/мл дипиридамола (dipyridamole (2,2',2",2'"-{(4,8-dipiperidinylpyri-mido[5,4-d]pyrimidine-2,6-diyl)dinitrilo}tetraethanol) в 5%-ной уксусной кислоте на 1–2 ч, затем промывали дистиллированной водой и дополнительно окрашивали калькофлуором (10–15 мин, 5 мг/мл). Препараты просматривали на конфокальном микроскопе Olympus FV1000D при возбуждении фиолетовым лазером 405 нм или с дополнительным освещением 473 и 560 нм. Сигнал регистрировали в синем (425–460 нм), зеленом (485–530 нм) и красном (560–660 нм) каналах, что соответствовало флуоресценции стандартных красителей: соответственно DAPI (4,6-diamidino-2-phenylindole), Alexa fluor и Rhodamine.

По нашим наблюдениям, пыльцевые трубки, зародышевые мешки и зародыши при использовании низкой интенсивности возбуждения практически не обладали автофлуоресценцией. Калькофлуор обеспечивал сигнал в синем канале, окрашивая клеточные стенки клеток интегументов и пыльцевых трубок. Дипиридамол флуоресцировал в широком диапазоне длин волн и неспецифически окрашивал внутренние структуры клетки в желтовато-коричневые или пурпурно-серые тона. С помощью методов конфокальной лазерной микроскопии изучали образование пыльцевых зерен и эмбриогенез двух экспериментальных видов – *Heterotaxis sessilis* (рис.1а) из подсемейства Epidendroideae и *Cranichis muscosa* (рис.2а) из подсемейства Orchidoideae



а) *б)*

Рис. 1. Изображения КЛСМ Olimpus FV1000D а) Микроспорогенез у *Heterotaxis sessilis* (синоним *Maxillaria crassifolia*) из подтрибы Maxillariinae; б) Анатропный семязачаток *Cranichis muscosa* на стадии образования 6-ядерного зародышевого мешка из халазальной мегаспоры.

На рисунке 1а. мы видим крупные клетки – микроспоры на стадии деления, самые мелкие округлые клетки, собранные в тетрады пыльцевые зерна. Имеются прорастающие пыльцевые зерна с вытянутыми пыльцевыми трубками. Калькофлуор окрашивает синим оболочки клеток, пыльцевые трубки и внутренние перегородки макроспор, а пурпурно-серым – ядерное вещество и цитоплазму микроспор и пыльцевых зерен. На рисунке 1б. представлен анатропный семязачаток, в котором дифференцированы следующие структуры: зародышевый мешок, окружающий его однослойный нуцеллус, внутренний и наружный интегументы, 2-клеточная гипостаза, халазальная полость, семяножка, микропилярная полость. Оболочки гипостазы, нуцеллуса и зародышевого мешка светятся интенсивнее, чем оболочки окружающих клеток. Благодаря окраске калькофлуором в халазальной зоне семязачатка хорошо заметна халазальная полость. Ядерное вещество клеток семязачатка использованными красителями не окрашивается и на фотографии ядра выглядит темными пятнами с более светлыми ядрышками. Вместе с тем, дипиридамол окрашивает цитолазму в желто-коричневые тона.

1. Антипина В.А. Формирование банка генеративных и вегетативных диаспор орхидных для длительного хранения / Дисс. …канд. биол. наук. М., 2009. 320 с.
2. Коломейцева Г.Л., Антипина В.А., Широков А.И., Хомутовский М.И., Бабоша А.В., Рябченко А.С. Семена орхидей: развитие, структура, прорастание. М.: ГЕОС, 2012. 352 с.

Формирование и динамика агрегатов протеасом в клетках культуры U-937 при индукции в них апоптоза

Е.С. Снигиревская, А.В. Мошков, Я.Ю. Комиссарчик

Институт цитологии РАН, 194064, г. Санкт-Петербург, Тихорецкий пр., д. 4. Россия

Явление апоптоза представляет собой неистощимый источник получения знаний об изменении структуры и функции клеток в условиях, строго поставленного природой «эксперимента». Наибольшее количество данных по апоптозу получено на различных клеточных культурах, на которых апоптоз можно индуцировать с помощью воздействия различных внешних агентов. Поэтому клетки культуры, в частности, используемые в настоящей работе клетки U-937 представляют собой удобную модель для изучения процессов «угасания» клеточных функций.

В нашей работе мы индуцировали апоптоз в клетках U-937 посредством воздействия на них гипертонического раствора сахарозы [1]. Клетки исследовали структурными и иммуноцитохимическими методами электронной микроскопии. Было обнаружено, что после гипертонического шока как в ядре, так и в цитоплазме клеток появляются агрегаты удлиненных осмиофильных частиц, не ограниченные мембраной. Проведенный ультраструктурный анализ позволил нам интерпретировать эти частицы как протеасомы [2]. На ультратонких срезах видно, что протеасомы представляют собой палочковидные структуры, толщиной 15-20 нм, длиной 20-40 нм с поперечной исчерченностью порядка 10 нм. Размеры этих структур слегка превышают размеры негативно окрашенных экстрацеллюлярных протеасом 20S, что, возможно, связано с сохранением их состояния при обработке материала, более близкого к нативному, чем при их выделении [3]. Возможно, это обусловлено тем, что в клетке протеасомы 26S связаны с убиквитином и гидролизуемыми в них белками, которые и определяют увеличение их размеров.

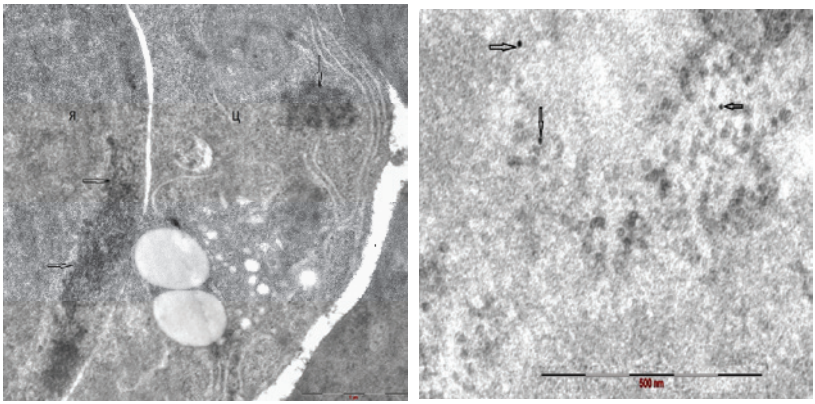
К сожалению, протеасомы не имеют четко очерченных границ, как другие внутриклеточные органеллы, окруженные мембранами. Поэтому трудно говорить о деталях их структурной организации, выявляемой методами ультратонких срезов залитого в смолу материала.

Иммуноцитохимическая реакция на с/е протеасом альфа 7 в ЭМ подтвердила их протеасомную природу [2].

Структурные и иммуноцитохимические методы электронно-микроскопического анализа позволили нам сделать вывод, что появление агрегатов протеасом как в ядре, так и в цитоплазме клеток U-937 является характерным признаком апоптозных клеток на всем протяжении их

существования. Структурные характеристики выявленных нами протеасом аналогичны т. н. «процессинг боди», описанным в клетках при стрессе [4].

Прямое выявление протеасом на ультратонких срезах апоптозных клеток U-937 представляется очень важным, т.к до сих пор они не были визуализированы *in situ*. Анализ ультраструктурных изменений при индукции в клетках апоптоза позволил прийти к заключению, что появление агрегатов протеасом как в ядре, так и в цитоплазме клеток U-937 является характерным признаком апоптозных клеток на всем протяжении их существования. Исполь зование криосрезов и расширенный иммуноцитохимический анализ позволит значительно расширить наши представления о составе агрегатов, их взаимоотношениях с другими компонентами ядра и цитоплазмы, ультраструктурных особенностях их компонентов.



а) *б)*

Рис. 1. Апоптозные клетки U-937. а) Стрелками указаны агрегаты протеасом в ядре (Я) и цитоплазме (Ц); б) протеасомы, меченые антителами к с/е белка α7 и частицами коллоидного золота (стрелки).

1. *V.E. Yurinskaya , A.V. Moshkov , A.V. Wibberley , F. Lang , M.A. Model , A.A. Vereninov.* Cell Physiol Biochem.2012.*30: 964-973.*
2. *Е.С. Снигиревская , Я.Ю. Комиссарчик. ДАН РАН,* 2014, 454, 6: 733-736.
.
3. *A. Zoeger , M. Blau , K. Egerer , E. Feist , B. Dahlmann.* Clin. Chem., 2006, 52, 11: 2079-2086.
4. *M. Biggiogera, A.I. Scovassi, C. Soldani, L. Vecchio, C. Pellicciari*.Biol. Cell. 2004, 96: 603-615.

РЭМ-конхиология пресноводных моллюсков и их филогенетические отношения

Е.В. Солдатенко

ФГБОУ ВПО «Смоленский государственный университет», 214000, г. Смоленск, Пржевальского 4, Россия

Традиционно изучение раковин большинства семейств пресноводных моллюсков (Hygrophila) опиралось только на оценку особенностей дефинитивных особей (представителей) и лишь немногие авторы учитывали особенности ювенильных стадий [Baker, 1945; Hubendick, 1960; Старобогатов, 1958; 1967] или делали попытки полностью проследить развитие раковины в онтогенезе [Meier-Brook, 1983]. Сравнительно недавно начали уделять внимание всестороннему изучению эмбриональных раковин – протоконхов [Riedel, 1993; Shirokaya at al., 2003; Röepstorf & Riedel 2004; Shirokaya, 2007; Солдатенко, 2009; 2010], обращая внимание на их форму, особенности инициальной пластинки и скульптуры, равномерность нарастания сторон и т.д. Комплексные исследование строения раковины позволяют выявить важные диагностические признаки, которые невозможно получить без РЭМ-микроскопии.

Всего было исследовано 25 видов принадлежащих 16 родам и 4 семействам (Ancylidae, Helisomatidae, Planorbidae и Segmentinidae). Для изучения эмбриональных раковин (протоконхов) в лабораторных условиях было культивировано 12 видов моллюсков (*Ancylus fluviatilis, Anisus leucostoma, A. vortex*, *Armiger crista, Bathyomphalus contortus, Choanompalus riparius, Gyraulus albus*, *Hippeutis complanatus, Planorbarius corneus, Planorbella (Seminolina) duryi, Planorbis planorbis, Segmentina nitida*). Анализируемые части телеоконхов (часть раковины, формирующаяся во внешней среде на протяжении всей жизни моллюска) очищали бытовым отбеливателем, тщательно промывали и обезвоживали в спирте. После высушивания на воздухе все объекты 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.

В малакологии традиционно выделяют 2 типа раковины – колпачок и трубка. Среди изученных видов встречаются оба типа, но формы внутри каждого из них различны. Для выделения форм учитывались многие признаки раковины, но особое место отводилось изучению протоконхов: строению инициальной пластинки, форме эмбриональной раковины, особенностям нарастания эмбриональной раковины, характеру её скульптуры, наличию ребер, характеру кальцинирования. Анализ телеоконха включал следующие признаки: дефинитивная форма, скорость и равномерность нарас-

тания оборотов, профиль раковины, форма сечение, характер спирали, величина базального угла, скульптура, наличие ребер, наличие конхиолиновых образований и т.д. Рассматривалось соотношение параметров эмбриональной и дефинитивной раковины. Таким образом, комплексный анализ строения изученных раковин позволил выделить 7 форм, каждая из которых обладает уникальным набором признаков: корнетовидная форма (*Ancylus tapirulus*), колпачковидная форма (*A. fluviatilis*, Ancylidae), блюдцевидная (*P. planorbis*, Planorbidae), линзовидная (*S. nitida*, Segmentinidae), дисковидная (*Gyraulus albus*), псевдоплоскоспиральная (*P.(S.) duryi*, Helisomatidae), кубаревидная (*Choanompalus maacki*).

Ранее Segmentinidae в ранге подсемейства включали в состав Planorbidae, не акцентируя внимания на то, что эмбриональные раковины этих двух групп не только по форме, но и по характеру спирали принципиально различны. Все рассмотренные представители семейства Segmentinidae (6 родов, включая африканский род Segmentorbis) имеют линзовидные и правозавитые раковины на всех стадиях онтогенеза, а у видов семейства Planorbidae раковины равномерно- или левозавитые.

Вероятно, общая форма раковины в деталях специфична для представителей каждого семейства. Для проведения точного таксономического анализа необходимо изучение всего комплекса преобразований раковины от начала ее формирования в эмбриогенезе до дефинитивной стадии.

Изучение раковин 25 видов принадлежащих 4 семействам [Кияшко и др., 2016] пока не позволяет сделать окончательного вывода о составе Hygrophila, но полученные материалы дают основания полагать, что общее число семейств 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 использование оборудования ЦКП «Таксон» при Зоологическом институте РАН.

Ультраструктурная организация нейронов, дифференцированных из эмбриональных стволовых и индуцированных плюрипотентных клеток здоровых и больных хореей Хантингтона пациентов

Л.А. Сульдина[1], Е.Д. Некрасов[2], М.А. Лагарькова[2], С.Л. Киселев[2], Е.В. Киселева[1]

1 Федеральный исследовательский центр Институт цитологии и генетики СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр-т Лаврентьева 2, Россия
2 Институт общей генетики им. Н.И. Вавилова РАН, 119991 г. Москва, ул. Губкина 3, Россия

Сравнительное исследование тонкой морфологии нейронов, дифференцированных из эмбриональных стволовых (ЭС, линия ES5) и индуцированных плюрипотентных (ИПС) клеток здоровых и больных хореей Хантингтона (линии IPS-12 и MA2 соответственно) пациентов показало, что все клетки содержат типичные шипики на отростках, а также специфические нейрофиламенты и тельца Нисля в цитоплазме. Ядра клеток от здоровых пациентов имели овальную или вытянутую форму и содержали небольшие компактные ядрышки, в то время как в ядрах клеток, полученных от больных пациентов, ядрышки имели более рыхлую консистенцию, а ядерная оболочка чаще (85%) чем в контрольных (57%) ядрах формировала глубокие инвагинации в нуклеоплазму. Цитоплазма всех исследованных нейронов содержала различного размера (50-250 нм) лизосомо-подобные мелкие пузырьки с матриксом средней плотности, удлиненные митохондрии с поперечными, иногда расширенными кристами, шероховатый и гладкий ЭПР, а также хорошо развитый АГ, в области которого часто наблюдалось формирование крупных прозрачных вакуолей. Во всех клетках присутствовали аутофагосомы, достигающие иногда более 500 нм в диаметре. В нейронах, дифференцированных из ЭС и ИПС клеток здоровых и, особенно, больных людей, наблюдались митохондрии с нарушенной морфологией, содержащие прозрачные выпячивания оболочки, либо пустые полости в матриксе, что характерно для процесса митофагии. Подсчет подобных митохондрий на срезах клеток показал их увеличенное содержание в популяции нейронов от больных (линия MA2, 39%) по сравнению с нейронами от здоровых (линия IPS-12, 26%) пациентов. Интересно, что в нейронах, дифференцированных из ЭС клеток, атипичных митохондрий было несколько (в 1.5 раза) меньше (17%), чем в линии, полученной из ИПС клеток от здоровых пациентов. Количество аутофагосом, а также светлых вакуолей было достоверно выше в цитоплазме тел и отростков нервных клеток, полученных от больных по сравнению со здоровыми пациентами. Отмечено слияние по-

добных вакуолей с лизосомами, мембранами гладкого ЭПР, а также выход их содержимого в цитоплазму клеток. Известно, что в нейронах больных хореей Хантингтона нарушен обмен кальция [1,2]. Обработка патологических нейронов препаратом EVP4593, ингибирующим кальциевые каналы, управляемые депо кальция, приводила к улучшению морфологии митохондрий и уменьшению числа аутофагосом, количество светлых вакуолей достоверно снижалось.

Работа выполнена в рамках бюджетного проекта ИЦиГ СО РАН и гранта РФФИ 14-04-31137.

1. *J. Wu, H.-P. Shih, V. Vigont, L. Hrdlicka, L. Diggins, C. Singh, M. Mahoney, R. Chesworth, G. Shapiro, O. Zimina, X. Chen, Q. Wu, L. Glushankova, M. Ahlijanian, G. Koenig, G.N. Mozhayeva, E. Kaznacheyeva, I. Bezprozvanny*. Neuronal store-operated calcium entry pathway as a novel therapeutic target for Huntington's disease treatment. Chemistry & biology (2011), 18, 777–93.

2. *L.N. Glushankova, O.A. Zimina, V.A. Vigont, G.N. Mozhaeva, I.B. Bezprozvanny, E.V. Kaznacheeva*. Changes in the store-dependent calcium influx in a cellular model of Huntington's disease. Doklady Biological Sciences (2010), 433. 293–295.

Таксономическая идентификация субфоссильных перьев птиц методом сканирующей электронной микроскопии

Е.О. Фадеева[1], В.Г. Бабенко[2]

1- Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект, 33, Россия
2- Московский педагогический государственный университет, 129164, г. Москва, Кибальчича, 6, корпус 3, Россия

С целью выявления таксономической структуры орнитокомплексов, характерных для времени обитания мамонтовой фауны в позднем плейстоцене-голоцене, нами проведена таксономическая идентификация субфоссилий, представленных фрагментами перьев птиц ассоциированных с шерстью, а также с ископаемыми остатками жизнедеятельности крупных млекопитающих мамонтового фаунистического комплекса многолетнемерзлых отложений Северо-Востока России.

Материалом для работы послужили фрагменты контурных перьев птиц, сохранившиеся в шерсти и копрофоссилиях мамонта, собранных в среднем течении реки Большая Чукочья (Северная Якутия) в позднечетвертичных аласовых отложениях (коллекционный номер F-2362/1, ООО "Национальный Альянс Шидловского Ледниковый Период", г. Москва).

Вследствие фрагментарного характера сохранности исследуемого материала было полностью исключено применение таксономической диагностики ископаемых остатков, основанной на методе сравнительного анализа внешних макроморфологических особенностей перьевого покрова – метода общепринятого и широко используемого в практике диагностики систематической принадлежности различных видов птиц. В данном случае требовалось выявление видоспецифических особенностей тонкого строения пера, т.е. его микроструктуры. Метод световой микроскопии, иногда применяемый для изучения микроструктуры перьев и их фрагментов, дает лишь общее представление о микроструктуре пера, но из-за малой разрешающей способности, ограниченной длиной световой волны, данный метод не позволяет визуализировать тонкую морфологию пера и выявить основные критерии видовой идентификации птиц. Следовательно, ведущая роль в таксономической диагностике фрагментов перьев, отводится сравнительному электронно-микроскопическому анализу с применением сканирующего электронного микроскопа, вследствие чего детали микроструктуры пера хорошо различимы [3].

Для проведения сравнительного электронно-микроскопического анализа ископаемых остатков птиц было исследовано 9 фрагментов контурных

перьев птиц, извлеченных из трех проб ископаемых остатков мамонта (две пробы – из шерсти, одна проба – из копрофоссилий).

Описание микроструктуры фрагментов перьев проводилось на основе неоднократно апробированного и подробно описанного нами метода качественного сравнительного электронно-микроскопического анализа наиболее информативных элементов в строении бородок первого порядка (бородки I) и бородок второго порядка (бородки II) контурной и пуховой частей опахала [1, 2, 3].

Подготовленные препараты напыляли золотом методом ионного напыления в условиях вакуума на установке Edwards S-150A (Великобритания), просматривали и фотографировали с применением сканирующего электронного микроскопа JEOL-840A (Япония), при ускоряющем напряжении 15 кВ.

В целом, изготовлено 83 препарата бородок исследованных фрагментов контурных перьев птиц плестоценовой биоты, на основании которых сделано и проанализировано 245 электронных микрофотографий (электросканограмм). Анализ полученных электросканограмм позволил подробно исследовать ряд видоспецифических особенностей микроструктуры фрагментов перьев, встречающихся в трех исследуемых пробах, на основании чего было предположительно идентифицировано девять видов птиц плейстоценовой биоты, фрагменты перьев которых были встречены в исследуемых пробах: лебедь-кликун *Cygnus Cygnus*, малый лебедь *C. Bewickii*, американская или тихоокеанская черная казарка *Branta nigricans*, белолобый гусь *Anser albifrons*, гуменник *A. fabalis*, чирок свистунок *Anas crecca*, шилохвость *A. acuta*, белая куропатка *Lagopus lagopus,* тундряная куропатка *L. mutus*.

Проведенное нами сравнительное электронно-микроскопическое исследование с применением сканирующего электронного микроскопа наглядно демонстрирует значимость метода сканирующей электронной микроскопии в таксономической идентификации ископаемых остатков птиц. Результаты исследования вносят вклад в палеоэкологическое изучение таксономической структуры орнитокомплексов, характерных для плейстоценовой биоты и могут быть использованы при проведении палеоэкологических реконструкций природной среды обитания мамонтовой фауны позднеплейстоценовых-голоценовых экосистем Северо-Востока России.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 15-04-08552).

1. *Фадеева Е.О.* Вестник МГПУ. Серия Естественные науки, 2009, 2, 48-55.
2. *Фадеева Е.О.* Вестник МГПУ. Серия Естественные науки, 2013, 1, 40-46.
3. *Фадеева Е.О.* Вестник МГПУ. Серия Естественные науки, 2015, 4, 67-77.

Изучение морфологических и физических характеристик тонких плёнок на основе природных полисахаридов с помощью атомно-силовой микроскопии

Ю.В. Чудинова[1,2], Д.В. Курек[1]

1 ФИЦ Биотехнологии РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект 33, стр. 2, Россия
2 Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия

Пути создания покрытий с контролируемыми свойствами на основе природных полисахаридов (хитозан, пектин, гепарин, каррагинан) вызывают большой интерес учёных благодаря возможности получения на основе таких покрытий функциональных материалов с заданными, требуемыми характеристиками. Для того чтобы в полной мере реализовать потенциал данных покрытий, важно понимать то, как можно манипулировать их микропараметрами и организацией в нанометровом масштабе. Молекулярная архитектура – один из наиболее перспективных подходов к контролированию поверхностных свойств за счет изучения формирования структур на молекулярном уровне. В результате становится возможным получение покрытий с теми параметрами, которые необходимы в данном конкретном случае.

В данной работе для изучения особенностей плёнкообразования использовался метод атомно-силовой микроскопии (АСМ). С помощью АСМ изучено влияние различных исходных параметров на структуру и морфологию получаемых пленок. АСМ также является эффективным инструментом для изучения механических характеристик покрытий (величина силы адгезии, модуль Юнга).

Наряду с АСМ, образование пектиновых и хитозановых покрытий исследовалось с помощью метода кварцевого микробаланса с мониторингом диссипации (QCM-D). Он позволил оценить количество вещества, адсорбирующееся на поверхности подложки на каждом этапе сборки, толщину покрытия, а также его вязкоупругие характеристики, характер образуемых покрытий (компактность, жесткость, прочность) для хитозана, пектина и при их последовательном осаждении на поверхность подложки. Выявлен различный характер покрытий, формируемых при варьировании значений pH. С помощью метода QCM-D рассмотрены особенности образования пленки, состоящей из нескольких, последовательно нанесенных друг на друга, полимерных слоев, её основные характеристики. Полученные данные дополняли результаты АСМ.

Кроме того, изучены структурные и механические особенности хитозан-пектиновых, хитозан-гепариновых, хитозан-каррагинановых бислоев. В

каждом случае имело место образование различных структур, что свидетельствовало о различных механизмах взаимодействия полимеров друг с другом при формировании плёнки.

Таким образом, в работе показано влияние различных исходных параметров на формирование тонких полимерных слоев, изучены их основные морфологические и механические характеристики, предложены различные модели формирования покрытий на основе двух полимеров. Полученные данные могут быть использованы для создания покрытий с контролируемой структурой.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 16-14-00046.

Медиальный глаз клещей с позиций SEM, TEM и CLSM микроскопии и его возможная эволюция

А.Б. Шатров

Федеральное Государственное бюджетное учреждение науки Зоологический институт Российской Академии наук, 199034,г. Санкт-Петербург, Университетская наб., д.1

Наличие медиальных глаз считается примитивным признаком у паукообразных и, особенно, у акариформных клещей. У иксодоидных клещей, несмотря на древность этой группы, медиальные глаза не выявлены. Среди огромного разнообразия семейств акариформных клещей медиальные глаза, объединяющиеся часто в один медиальный глаз, представлены крайне нерегулярно и, в основном, пространственно связаны с фронтальным выступом тела, называемым 'naso'. У многих семейств сухопутных акариформес медиальный глаз полностью редуцирован. Наоборот, у водяных клещей медиальный глаз выражен значительно лучше, причем у представителей ряда групп он разделен на два глаза, что дало основание полагать, что в этом случае имеет место реверсия данного признака. Одновременно с медиальным, у водяных клещей, как взрослых форм, так и личинок, хорошо выражены основные, как правило, парные латеральные глаза.

Ультраструктурно медиальный глаз акариформных клещей исследован ранее у единичных видов. Показано, что медиальный глаз устроен крайне просто и состоит из неинвертированных ретинальных клеток, обращенных своими рабдомерами к довольно слабо выраженной кутикулярной линзе (cornea). Вместе с тем, в составе глаза имеется отдельные пигментные клетки, а также обкладочные.

На электронно-микроскопическом (TEM) уровне медиальный глаз водяных клещей был исследован только у вида *Hydryphantes ruber* (De Geer, 1778), принадлежащего к достаточно примитивному семейству Hydryphantidae. Показано, что одиночный медиальный глаз состоит из нескольких неинвертированных ретинальных клеток, содержащих также пигментные гранулы. Кутикулярная линза развита крайне слабо. Другие клеточные элементы, включая клетки, содержащие так называемое зеркальце (tapetum), в структуре медиального глаза отсутствуют. Характерно, что также просто, но более интенсивно, развиты и парные латеральные глаза у этого вида. Личинки водяных клещей в отношении медиальных глаз до настоящего времени не были исследованы.

Мной был изучен медиальный глаз у личинки *H. ruber* с использованием TEM, SEM и CLSM методов. В результате исследований показано, что медиальный глаз личинок представляет собой одиночный орган, распо-

ложенный у дорсальной стенки тела под слегка утолщенным и выступающим участком кутикулы в середине спинного щитка, аналогом линзы развитых глаз. Глаз просто организован и состоит из небольшого числа мелких неинвертированных ретинальных клеток, обращенных своими, в основном изолированными, рабдомерами, к кутикуле (линзе). Каждый рабдомер образован неупорядоченно ориентированными микроворсинками. Базальная, ядерная, зона ретинальных клеток занята электронно-плотными пигментными гранулами. Отдельных пигментных клеток, равно как и тапетума (зеркальца), в составе глаза нет. Весьма существенно, что по бокам от медиального глаза расположены парные оптические нервные волокна, состоящие каждый из пяти аксонов, что свидетельствует об исходном количестве чувствительных клеток, а также об изначально парном происхождении медиального глаза. Наоборот, у взрослых клещей этого вида обнаружен непарный оптический нерв. Вероятно, личинки рекапитулируют некую промежуточную эволюционную форму слияния ранее существовавшего парного глаза, тогда как у взрослых клещей это слияние имеет завершенный вид. Вместе с тем, полученные данные опровергают предположение о том, что изначально непарный медиальный глаз разделяется в ходе эволюции на два. Вероятно, в ходе эволюции изначально парные медиальные глаза сливаются, в значительно степени регрессируют и у большинства групп полностью редуцируются.

Парные латеральные глаза у личинок *H. ruber* несут те же черты организации, что и медиальный глаз, однако развиты значительно лучше, как по количеству, так и по интенсивности составляющих элементов (клетки, пигментные гранулы, рабдомеры). Кутикулярные линзы у латеральных глаз хорошо выражены. В отличие от водяных клещей, у сухопутных акариформных клещей, в частности, паразитенгон, латеральные глаза устроены гораздо сложнее. Так, у личинок представлены отдельные пигментные клетки, а у взрослых глаза инвертированы, а кроме того, выражены тапетум и корнеагенные клетки. Это свидетельствует о различных путях эволюции фоторецепторных органов у сухопутных клещей и клещей, обитающих в воде.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ по проекту № 15-04-01203-а с использование оборудования ЦКП «Таксон» при Зоологическом институте РАН.

Идентификация зеленых микроводорослей рода Parietochloris с применением методов электронной микроскопии

К. А. Шибзухова

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

В последние годы возрос интерес к зелёным микроводорослям рода Parietochloris, обусловленный их высоким потенциалом в качестве сырья для фармацевтической, химической и пищевой промышленности. Основные исследования проводятся в области разработки биотехнологии, изучения особенностей биохимии, физиологии и генетике. Однако до настоящего времени не решены вопросы их таксономической принадлежности. Последние 10 лет проводится ревизия рода. Решение данного вопроса, используя методы молекулярной генетики, оказалось недостаточным. В связи с этим, для уточнения статуса каждого штамма необходимо привлечение данных по особенностям ультраструктурной организации клеток и клеточной поверхности. Нами с помощью методов электронной микроскопии были исследованы штаммы зеленых микроводорослей (МВ) из разных эколого-географических зон, переданные в нашу коллекцию Санкт-Петербургским государственным университетом и Институтом биологии Коми научного центра Уральского отделения РАН.

Для изучения поверхности материал МВ после фиксации и обезвоживания в этаноле переносили в абсолютный ацетон, высушивали при критической точке и исследовали в сканирующем электронном микроскопе JSM-6380LA (JEOL). Для исследования ультраструктуры клетки фиксировали в 2% глутаральдегиде с постфиксацией в 1% осмии на какодилатном буфере и 2% уранилацетате после дегидратации в серии спиртов возрастающей концентрации (30-100%). Ультратонкие срезы после контрастирования цитратом свинца по Рейнольдсу (Reynolds, 1963) просматривали в трансмиссионном электронном микроскопе JEM-1011.

Проведенные исследования показали, что клетки штамма МВ, определенной как P. incisa (из коллекции СПбГУ), крупные (4,5-8 μm), имеют округлую форму (Рис. 1. А, Б). Толстая клеточная стенка (0,5-0,7 μm) состоит из 3 слоев. Наружный более электронно-плотный слой складчатый иногда отслаивается. Пластидом представлен несколькими хлоропластами (7-10 на срез) различной формы с крахмальными зернами (1-3 на срез) и хорошо развитой тилакоидной системой. В ряде клеток выявляется двускорлупчатый пиреноид. Наличие или отсутствие пиреноида в клетках зе-

леных МВ является важным таксономическим признаком. Клетки характеризуются большим количеством липидных глобул.

Клетки Myrmecia incisa (Parietochloris incisa из коллекции ИБ Коми) мелкие (3-6 μm), окружены клеточной стенкой (0,04-0,06 μm) и хорошо выраженной сильно складчатой плазмалеммой (Рис.1. В). Оболочка автоспорангия имеет небольшой слизистый слой. Практически весь объем клетки занимают два крупных пристенных хлоропласта с хорошо развитыми тилакоидами и крахмальными зернами (6-8 на срез). Пиреноид в клетках данного штамма отсутствует. Хондриом представлен довольно крупными митохондриями (0,4-0,6 μm) с дисковидными кристами. В цитоплазме имеются липидные глобулы (2-4).

На основании проведенного исследования МВ P. incisa и M. incisa с помощью методов электронной микроскопии установлено, что эти два штамма имеют существенные различия ультраструктурной организации клеток и, по-видимому, относятся к разным родам.

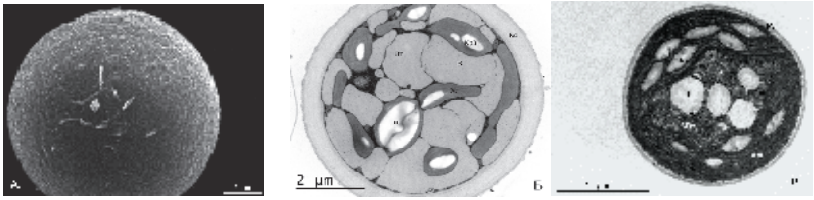


Рис. 1. Клетки микроводоросли *Parietochloris incisa.*: А - микрография СЭМ, Б - микрография ТЭМ. Клетки микроводоросли *Myrmecia incisa*: В - микрография ТЭМ. Обозначения: В – вакуоль, Кс – клеточная стенка, КрЗ – крахмальное зерно, М – митохондрия, Лг – липидная глобула, П – пиреноид, Хл – хлоропласт.

Закономерности развития нейрон-глиальных сетей диссоциированных культур различной плотности *in vitro*

О.М. Широкова[1,2], М.В. Ведунова[1,2], Л.Е. Фрумкина[3], И.В. Мухина[1,2]

1 - федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, биологический ф-т, кафедра нейродинамики и нейробиологии, г. Н.Новгород, пр. Гагарина, 23, 603950.
2 - государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Нижегородская государственная медицинская академия Министерства здравоохранения Российской Федерации, г.Н. Новгород, пл. Минина и Пожарского, 10/1, 603005
3 - Научный центр неврологии РАМН ГУ, г.Москва

Известно, что первичные диссоциированные культуры гиппокампа – удобная биологическая модель, для решения проблем и приложения различных методов в хроническом эксперименте. В данной работе исследованы изменения функциональных характеристик развивающихся диссоциированных культур гиппокампа разной плотности. Для определения качественного состава, морфологии и локализации клеточных элементов в культурах использовался метод иммунноцитохимии. Определение функционального состояния развивающихся нейрон-глиальных сетей происходило путем измерения цитозоль – свободного Ca^{2+}. Данные исследования проводились с использованием лазерной сканирующей конфокальной микроскопии и электронной микроскопии.

Было показано, что частота и длительность Ca^{2+} событий, а так же количество вовлеченных в синхронные процессы клеток, изменяются в процессе онтогенеза. Подтверждена прямо пропорциональная зависимость функционального развития и плотности клеточных культур. Происходило заметное отставание развития редких (700-900 клет/мм^2) культур от плотных (>1800 клет/мм^2), что так же согласуется с исследованиями по зависимости биоэлектричесой активности от плотности.

Кроме того нами была обнаружена сильная зависимость формы глиальных элементов от количества нейронов. В редких культурах на 10 div форма глиальных клеток была округлая, звездчатая и радиальная. Тогда как в плотных культурах глиальные клетки имели более сложную форму с длинными разветвленными отростками, в том числе и биполярную удлиненную форму, которая способна осуществлять миграцию нейронов.

Различные стадии функционального развития нейрон-глиальных сетей объясняются ультраструктурными изменениями в процессе синаптогенеза. Однако на поздних стадиях развития наблюдались не характерные для зрелых сетей примитивные контакты, что может свидетельствовать о форми-

ровании синапсов *de novo* в данной биологической модели или как адаптивный механизм, лежащий в основе пластических изменений синапсов при старении. Образование перфорированных синапсов на 21-й и 30-й дни развития *in vitro* можно рассматривать как компенсаторно-приспособительную реакцию к возрастающему числу погибших клеток.

Таким образом, функционирование нейрональных сетей в диссоциированных культурах зависит от стадии развития глиальных сетей, так же как сложная форма глиальных элементов формируется за счет взаимодействия с нейронами.

Вклад GAR-домена в накопление фибрилларина в ядре и ядрышке

М.Ю. Шубина

Факультет биоинженерии и биоинформатики, МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991, г. Москва, Ленинские горы, д.1, стр. 73

Ядрышковый белок фибрилларин играет важную роль в процессинге и метилировании пре-рРНК, а также сборке прерибосом. Этот белок характеризуется высокой консервативностью среди высших эукариот, а также среди архей. Отличие фибрилларинов эукариот состоит в наличии дополнительного N-концевого домена, обогащенного остатками глицина и аргинина (Glycine-Arginine-Rich или GAR-домен). Роль GAR-домена в осуществлении фибрилларином своей функции изучена слабо. Мы провели исследовании роли GAR-домена в обеспечении ядерной и ядрышковой локализации фибрилларина. В работе исследовали локализацию фибрилларина, GAR-домена и фибрилларина с делетированным GAR-доменом (ΔGAR). Для анализа белок и его фрагменты были слиты с EGFP. Полноразмерный фибрилларин преимущественно накапливается в фокусах транскрипции ДНК, т.е. в плотном фибриллярном компоненте (ПФК) ядрышка, в меньшей степени в гранулярном компоненте (ГК) ядрышка и в нуклеоплазме. ΔGAR слабо накапливается в ПФК и равномерно распределяется по нуклеоплазме и цитоплазме. Это наблюдение свидетельствует о том, что GAR-домен играет роль как в накоплении белка в ядре, так и в ядрышке. GAR-домен преимущественно локализуется в ГК ядрышка и нуклеоплазме, а также небольшое его количество детектируется в цитоплазме. Таким образом, GAR-домен способствует накоплению фибрилларина в ГК ядрышка. Методом FRAP было показано, что флуоресценция полноразмерного фибрилларина сначала быстро восстанавливается в ГК ядрышка, а затем происходит медленное восстановление флуоресценции в ПФК ядрышка. Для ΔGAR характерно медленное восстановление флуоресценции в ПФК, а в случае с GAR-доменом наблюдается быстрое восстановление флуоресценции в ГК. Таким образом, GAR-домен отвечает за высокодинамическое накопление фибрилларина в ГК ядрышка, в то время как ΔGAR способствует медленному накоплению белка в фокусах транскрипции. Чтобы понять механизм такого накопления белка в ГК за счет GAR-домена были получены мутантные формы фибрилларина, в которых разное количество положительно заряженных аргининов в составе GAR-домена было заменено на незаряженные аланины. В таком эксперименте GAR-домен терял способность локализоваться в ГК и преимущественно накапливался в нуклеоплазме и цитоплазме. Важно отметить, что чем больше аргининов было заменено на незаря-

женные аминокислоты, тем меньше была эффективность накопления мутантного GAR-домена в ядрышке. Известно, что аргинины в составе GAR-домена подвергаются ассиметричному диметилированию. Чтобы понять, зависит ли накопление фибрилларина в ГК от метилирования, разное количество аргининов в составе GAR-домена было заменено на положительно заряженные лизины. В таком случае мутантный GAR-домен накапливался в ядрышке, что согласуется с локализацией нормального GAR-домена. Полученные данные говорят о том, что накопление белка в ГК ядрышка зависит от заряда и не зависит от метилирования аргининов в составе GAR-домена. Таким образом, можно предположить, что GAR-домен накапливается во всем объеме ядрышка неспецифически за счет электростатического взаимодействием с отрицательно заряженными компонентами ядрышка. Биологическая роль такого накопления фибрилларина в ГК на сегодняшний день изучена слабо. Можно предположить, что повышение концентрации белка внутри ядрышка за счет GAR-домена увеличивает вероятность взаимодействия с функциональными сайтами в ПФК.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №14-04-01650.

Взаимодействие митохондрий с компонентами ядра. Ультраструктурная картина.

Ч.М. Эльдаров, И.М. Вангели, В.Б. Вайс, Л.Е. Бакеева

Научно-исследовательский институт физико-химической биологии имени А.Н. Белозерского, МГУ имени М.В. Ломоносова, 119992, г. Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 40, Россия

При изучении ультраструктуры различных тканей исследователи сталкиваются с парадоксальной ситуацией: наличием митохондрий внутри ядра (рис. 1). Обнаруживаемое на электронно-микроскопических препаратах расположение митохондрий внутри ядра, известное с 1958 г, несмотря на большое количество сообщений, остается практически неизученным в течение уже более 50 лет в отношении как механизма, так и его возможного функционального значения.

Проведенные нами на серийных ультратонких срезах многочисленные наблюдения состояния ультраструктуры ядра кардиомиоцитов крыс Wistar и OXYS в возрасте 3 мес, 11 мес, 24 мес и кардиомиоцитов долгоживущего грызуна – Голого землекопа (Heterocephalus glaber) в возрасте 6 мес, 3 и 5 лет, позволяют объяснить, каким образом на одиночных ультратонких срезах возникает картина присутствия митохондрий в нуклеоплазме при сохранении непрерывности ядерной мембраны на данном срезе.

По нашим наблюдениям, у всех исследованных нами животных в 2-3% ядер кардиомиоцитов происходило непосредственное контактирование митохондрий со структурами ядра при сохранении ядром своей характерной морфологии. Такое структурное взаимодействие митохондрий с компонентами ядра в литературе не описано (рис. 2).

Наши исследования опровергают имеющиеся в литературе представления о том, что появление митохондрий в ядрах кардиомиоцитов является результатом определенных сердечных патологий. Мы предполагаем, что обнаруженная нами ассоциация митохондрий со структурными компонентами ядра указывает на особую функциональную роль взаимодействия митохондрий с компонентами ядра в клеточной физиологии.

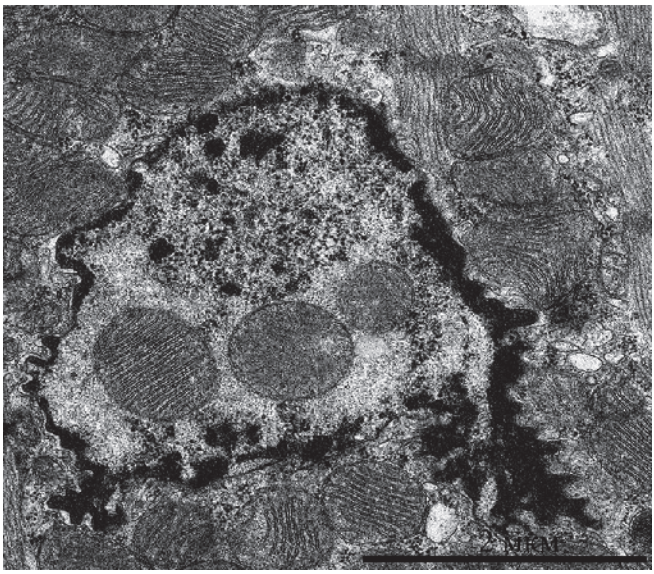


Рис. 1. Ультраструктурная картина расположения митохондрий внутри ядра у крыс Wistar в возрасте 3 месяцев.

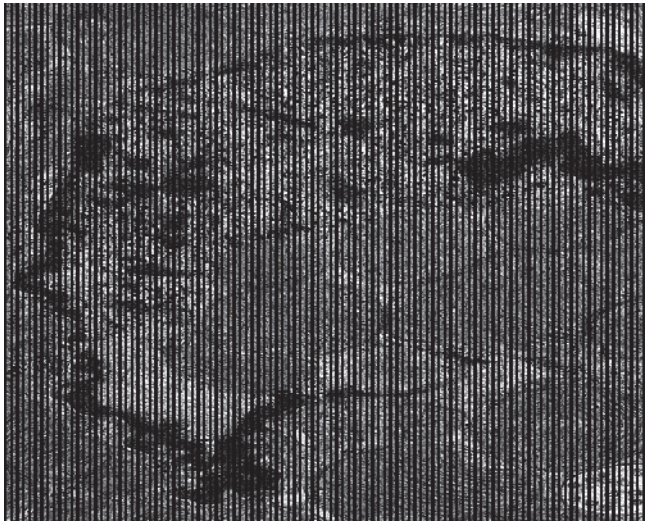


Рис. 2. Последовательный срез ядра кардиомиоцита рис. 1. Можно видеть непосредственное контактирование митохондриального кластера с нуклеоплазмой.

Авторский указатель

Abid Mohamed ... 296
Abid Mourad ... 296
Bauer S. ... 514
Chang Ching-Ray ... 296
Chepurin S.A. ... 540
Denisyuk A. ... 524
Dijkstra Hans ... 430
Feltz A. ... 418
Glatzel Uw ... 430
Green M.D. ... 418
Grund C. ... 514
Helbing J. ... 514
Hladík L. ... 524
Hocker M. ... 514
Hrnčíř T. ... 524
Huang J.C.A. ... 540
Huang Tsung-Wei ... 296
Janabi Yahya T. ... 296
Kaiser C. ... 418
Kellner Peter ... 430
Krömker B. ... 418
Liu Huajun ... 296
Locatelli A. ... 296
Mandal P. ... 296
Marchenkov V.V. ... 540
Metelev S.I. ... 718
Murphy B.E. ... 296
Neretina A.N. ... 718
Niu Yuran ... 296
Novotný K. ... 524
Oboňa J.V. ... 524
Onur Mentes T. ... 296
Patrakov E.I. ... 540
Perevozchikova Y.A. ... 540
Prümper G. ... 418
Reichstein Werner ... 430
Sala A. ... 296
Sánchez-Barriga J. ... 296
Sharang ... 524
Šikula M. ... 524
Syrlybekov A. ... 296
Thonke K. ... 514
Tischer I. ... 514
Tung Y. ... 540
Wang Jing-Jing ... 296
Wu Han-Chun ... 296
Yang Li ... 296
Zhang H.H. ... 252
Zhang Hong-Zhou ... 296

А

Абдюханов И.М. ... 82
Абетковская С.О. ... 444, 500
Абросимова Г.Е. ... 112
Аверкин С.Н. ... 360
Аверьянов Д.В. ... 2, 16, 18
Авилов А.С. ... 130, 168, 172
Авилов В.И. ... 234
Автандилов Г.А. ... 688
Агеев О.А. ... 236, 358, 452
Акберова Э.М. ... 586, 592
Акимов В.В. ... 588
Аксенов О.И. ... 380
Алеев А.А. ... 568
Алекперов Э.Ш. ... 154
Александров Д.В. ... 422, 424
Александров О.В. ... 446
Александров П.А. ... 144
Александрова А.В. ... 654
Алексеев М.В. ... 82
Алексеев П.А. ... 260
Алехова Т.А. ... 654
Алёшин А.Р. ... 648
Аликин Д.О. ... 362, 374
Анашкина Н.Е. ... 590
Андреев Е.В. ... 384
Андреева В.Е. ... 656
Андрухович И.М. ... 410
Анненков М.Р. ... 38, 504
Антипов В.В. ... 486
Антонец И.В. ... 382
Антонов А.С. ... 238
Антонова М.С. ... 40
Антонова Н.М. ... 384
Аристов В.Ю. ... 296
Арифулин Е.А. ... 658
Аронин А.С. ... 112, 380
Арсентьев К.Ю. ... 588
Артемов В.В. ... 282
Артёмов В.В. ... 438, 506
Артемов Н.А. ... 6, 336
Архарова Н.А. ... 42
Афанасенкова Е.С. ... 506
Афанасьев А.Ю. ... 716
Афанасьев Е.С. ... 594
Афанасьев И.Б. ... 582
Ахматханов А.Р. ... 362, 374
Ашуров Н.Р. ... 240, 242
Ашуров Н.Ш. ... 240, 242, 646

Б

Бабенко В.Г. ... 742
Бабенков С. ... 296
Бабичев А.П. ... 384
Бабоша А.В. ... 660, 662, 734
Багров Д.В. ... 262, 386
Баймухаметов Т.Н. ... 664

Бакалейников Л.А. 510
Бакеева Л.Е. 754
Баклагина Ю.Г. 214
Балакин Д.А. 226
Балнокин Ю.В. 724
Барабан А.П. 372
Баран Л.В. 388
Бархина Т.Г. 666
Баскаков А.О. 130
Батыршин Э.С. 604
Бахтеева Н.Д. 86
Бацанов С.А. 44
Башкиров С.А. 132
Башкиров С.А. 46
Бедин С.А. 390, 438
Бежанова С.Д. 668
Бейкин Я.Б. 726, 728, 730
Бекасова О.Д. 670
Белавцева Е.М. 594, 634
Белозерова К.А. 404
Белоногов Е.К. 40, 124
Белугина Н.В. 254, 290, 292
Белявский А.В. 694
Бенкен К.А. 672
Бережко П.Г. 498, 544
Берёзкина Н.Г. 506
Березовский В.С. 384
Бернацкий Д.П. 392
Бессолов В.Н. 24
Бессонов И.В. 386
Бешенков В.Г. 394
Бизяев Д.А. 244
Бланк В.Д. 38, 48, 138
Блинов Ю.Ф. 452
Бобровский А.Ю. 288
Богачева К.В. 284
Богдаев А.Г. 702
Богданова Е.А. 682
Боднарчук Я.В. 194
Божко С.И. 380
Болдырев К.Л. 634
Болотов В.В. 10, 258, 396
Бонарцев А.П. 262
Бонарцева Г.А. 262
Бондаренко А.С. 566
Боргардт Н.И. 12, 20, 26, 30, 50, 58, 228, 550
Борисов Е.В. 644
Борисов Е.Н. 134, 644
Боряков А.В. 644
Брук М.А. 360
Брусиловский Г.Л. 486
Бубликов Е.И. 502
Бузин М.И. 594
Бузмаков А.В. 354
Бузынин А.Н. 398
Бузынин Ю.Н. 398
Букаева И.А. 668
Букреева Т.В. 78, 692
Булыгина Л.Г. 638
Бунин И.Ж. 590, 614
Бункин А.Ю. 400
Буравлев А.Д. 566
Бурда Ю.Е. 716
Бурмистров А.А. 594, 634
Бурханов Г.С. 402
Буслаева Е.Ю. 266
Бут А.Ю. 592
Бутаев А.Х. 674
Буташин А.В. 100, 102, 104, 106, 274, 278
Бухараев А.А. 244, 606, 608

В

Вайс В.Б. 754
Валеев В.Ф. 52
Валеев Р.Г. 100
Валиев Х.Х. 246
Валова–Захаревская Е.Г. 428
Валуева С.В. 248, 640
Ван В.Р. 246
Вангели И.М. 754
Варшхолинский Б.Т. 500
Варыхалов А. 296
Васильев А.А. 692
Васильев А.Л. 2, 14, 16, 18, 78, 80, 82, 86, 94, 104, 106, 110, 124, 136, 142, 144, 342, 478, 508, 528, 560, 630, 664
Васильев В.Г. 594
Васильева В.И. 182, 586, 592
Васичев Б.Н. 300, 302
Ведунова М.В. 750
Вербицкий Н.И. 14
Вергелес П.С. 180
Веретенников Л.М. 88, 90
Вершинина Е.В. 116
Виглин Н.А. 404
Викарчук А.А. 76
Вирюс А.А. 406
Вишняков А.А. 404
Власов В.П. 102, 274
Власов Е.О. 362, 374
Власова Н.Г. 300, 302
Водкайло Е.Г. 134
Возгорькова Е.А. 64
Волк Т.Р. 194, 252, 286
Волков А.В. 304
Волков А.Я. 640
Волков В.В. 4
Волков В.Т. 458
Волков И.О. 594, 634
Волков Р.Л. 12, 50, 58
Волочаев М.Н. 408
Воробьёва Г.А. 506

Воробьев В.В. ... 52
Воронков А.С. ... 706
Воронцов П.С. ... 642
Воротилов К.А. ... 70
Воротынцев И.В. ... 284
Вывенко О.Ф. ... 96, 372
Вылегжанина М.Э. ... 248, 250, 420, 640

Г

Гайдышева Е.В. ... 730
Гайнутдинов Р. ... 518
Гайнутдинов Р.В. ... 192, 194, 252, 254, 282, 286, 290, 292
Галаган Б.И. ... 94
Галиев Г.Б. ... 136
Ганчев А.С. ... 206
Гараев Э.С. ... 154
Гасенкова И.В. ... 410
Гелевер В.Д. ... 306
Генатуллина Г.Н. ... 676
Гениатулина М.С. ... 678, 696
Герасименко Н.Н. ... 352, 390
Герасимов А.В. ... 606
Гилевич А. ... 500
Гимадеева Л.В. ... 362, 374
Гиниятуллин Д.Д. ... 266
Гирсова С.Л. ... 54, 56
Глаголев В.А. ... 650
Гладышев Ю.А. ... 412
Гойхман А. ... 344
Голева Е.А. ... 182, 586
Голубев В.Г. ... 530
Голубев Е.А. ... 382, 596
Голышев С.А. ... 658
Гончарова А.А. ... 450
Горбачук В.В. ... 606
Горбенко А.П. ... 542
Горбунов Д.С. ... 522
Горкунов М.В. ... 282
Горнаков В.С. ... 380
Горностаева Т.А. ... 598, 600
Горощенко Н.А. ... 386
Грабов В.М. ... 414
Грабчиков С.С. ... 126, 140
Градусов И.Н. ... 520
Гребенев В.В. ... 508
Гременок В.Ф. ... 46, 132, 476
Гренберг Ю.И. ... 416
Грефнер Н.М. ... 680
Грешников Э.А. ... 478
Григоров И.Г. ... 682
Григорьев Ю.В. ... 102, 104
Гришина Я.С. ... 50, 58
Громова Л.В. ... 680
Грошкова Ю.А. ... 266
Губанова Г.Н. ... 420
Губин С.П. ... 130, 266
Гукова А.Н. ... 486
Гуральник А.С. ... 126
Гусакова О.В. ... 156, 422, 424
Гусакова С.В. ... 422, 574
Гусев Н.С. ... 364
Гусев О.А. ... 686
Гусев С.А. ... 158, 364
Гутаковский А.К. ... 44
Гущин М.Ю. ... 666
Гущина Е.В. ... 256

Д

Давлеткильдеев Н.А. ... 258, 270
Дарзнек С.А. ... 330
Девяткова Л.И. ... 184
Дегтяренко А.Ю. ... 528
Дементьев В.А. ... 402
Дементьев П.А. ... 426
Дементьева М.М. ... 28
Демидов Е.В. ... 414
Демина Т.В. ... 626
Дергачева М.Б. ... 60, 62
Дергунова Е.А. ... 82
Дерябин А.Н. ... 278
Дерягина И.Л. ... 428
Дзантиев Б.Б. ... 732
Дзлиева Е.С. ... 542
Диденко А.Л. ... 250
Диденко Л.В. ... 688
Диденко С.И. ... 490
Дмитриева Т.Г. ... 6, 32, 74, 186, 336, 338
Долгинцев Д.М. ... 160, 414
Долгобородов А.Ю. ... 506
Должиков С.В. ... 488
Донцов А.И. ... 40, 64
Дорогов М.В. ... 76
Дробышева И.М. ... 684
Дроздов М.Н. ... 364, 398
Дунаевский М.С. ... 260, 426
Дыбов В.А. ... 450
Дышеков А.А. ... 332
Дьяков К.В. ... 236

Е

Евтюгин В.Г. ... 686
Егоров В.К. ... 334
Егоров Е.В. ... 334
Елинсон В.М. ... 688
Елисеев А.А. ... 14
Елшин А.С. ... 70
Емельянова И.В. ... 432
Ермаков М.А. ... 434
Ермаков Р.П. ... 94
Ермолаева О.Л. ... 272
Ерохин П.С. ... 698
Ершов П. ... 344

Еськов А.В. 470
Еуров Д.А. 530
Ефимов Н.Ю. 486
Ефремов В.В. 576

Ж

Жанабаева А.К. 66
Жарова Ю.А. 256
Жданов Г.С. 68
Жердев А.В. 732
Жигалина В.Г. 14, 436
Жигалина О.М. 70, 436
Жигач А.Н. 506
Жилкин Е.В. 498
Житяев И.Л. 358
Жихарев Е.Н. 360
Жмерик В.Н. 198
Жуйков В.А. 262
Жуков Д.О. 308, 310, 312
Журавлева Т.С. 492, 494

З

Заболоцкий В.И. 592
Завин Б.Г. 634
Заводов А.В. 162
Завьялов С.А. 492, 494
Загвоздин В.П. 6
Загвоздин В.П. 336, 338
Загорский Д. 518
Загорский Д.Л. 390, 438, 440
Загустина Н.А. 654
Зайбт М. 26
Зайцев Д.В. 34
Зайцев С.В. 226
Зайцев С.И. 376
Зайцева Л.В. 602
Заморянская М.В. 148, 150, 188, 196, 198, 446, 456, 510, 530
Замула Ю.С. 604
Зарубин С.С. 72
Затекин В.В. 222
Захаркин М.В. 186
Захаров А. 296
Зацепина О.В. 710
Звягина М.И. 432
Зеер Г.М. 442
Зеленкова Е.Г. 442
Зенкевич А.В. 72
Зиганшин М.А. 606, 608
Зиганшина С.А. 244, 606, 608
Злобин В.А. 190
Знаменский А.Г. 394
Зубарева Е.В. 716
Зубарь Т.И. 250, 444, 500
Зыков А.В. 30

И

Иванов Д.В. 238
Иванов И.В. 248
Иванов М.Б. 716
Иванов С.В. 174
Иванова А.Г. 86
Иванова Е.В. 188, 446, 448, 456
Иванова Е.С. 290
Иванова И.И. 238
Иванова О.П. 492, 494
Иванова Ю.Л. 704
Ивлев К.Е. 396
Ивлева Л.И. 286
Иевлев В.М. 40, 450
Ильин О.И. 454
Ильина М.В. 452, 454
Имамов Р.М. 136
Иони Ю.В. 130
Иржак А.В. 394
Исмаилов А.Б. 106
Исхакова Л.Д. 94

К

Кабанов Ю.П. 380
Каблукова Н.С. 414
Кадикова И.Ф. 416
Казаков И.П. 20, 550
Казанский П.Р. 6, 32, 74, 186, 338, 690
Казьмирук В.В. 314, 316, 318, 320
Калашникова М.В. 694
Калинина Е.В. 148
Калманович В.В. 412
Калмыков А.Е. 24, 76
Кальнов В.А. 360
Камилов Т.С. 108
Каминская Т.П. 406
Камышинский Р.А. 78, 692
Кан В.Е. 396
Кандараков О.Ф. 694
Каневский В.М. 100, 102, 104, 106, 274, 278
Каптелов Е.Ю. 160
Караваев М.Б. 188, 456
Караджян Б.П. 704
Карасев В.Ю. 542
Каратеев И.А. 2, 16, 18, 80, 82
Каратеева К.Г. 2, 16, 18
Карнет Ю.Н. 246
Карпов Г.А. 602
Карташов П.М. 610
Кару Т.Й. 708
Касумов А.Ю. 458
Касумов Ю.А. 458
Кашевич И.Ф. 292
Кашин О.А. 496
Квашнин В.А. 362, 374
Квеглис Л.И. 408

Квит А.А. 710
Керимова Т.И. 526
Кийко В.М. ..... 460, 462, 464, 466, 468, ... 480, 482, 484, 558
Кикавада Т. 686
Кириленко В.Г. 506
Кириленко Д.А. 76, 164, 174, 198, 448, 456, 530
Кириллов А.В. 264
Кириллова В.М. 402
Кириллова Т.С. 84, 114
Кирюхин Ю.И. 494
Киселев Д.А. 536
Киселев Д.С. 340
Киселёв Н.А. 14
Киселев П.Л. 580
Киселев С.Л. 740
Киселева Е.В. 740
Классен Н.В. 346
Клейн А.В. 726, 728, 730
Клечковская В.В. 42, 108, 214
Климин В.С. 470, 472
Климко Г.В. 174
Климов Е.А. 136
Клинкова Л.А. 170
Кнотько А.В. 612
Князев Е.В. 10, 396
Князев М.А. 366, 546
Ковальчук М.В. 478
Ковальчук Н.Г. 476
Кожухова Е.Ю. 592
Кокатев А.Н. 474
Колесник А.С. 206
Колесников А.Г. 126
Колесов Е.А. 476
Колобнев Н.И. 34
Колобов Ю.Р. 716
Колобылина Н.Н. 86, 478
Коломейцева Г.Л. 734
Коломиец В.В 502
Коломийцев А.С. 358, 368
Колосов В.Ю. 88, 90, 400
Колымагин А.Б. 100, 104, 106, 274
Комаров В.А. 414
Комарова Г.И. 660
Комарова С.Ю. 728, 730
Комиссаров И.В. 476
Комиссарчик Я.Ю. 680, 736
Коморников В.А. 508
Кондратов А.В. 282
Кондратьева С.А. 686
Коннов Н.П. 698
Коновалова О.А. 294
Кононова С.В. 214, 420
Коньшин А.А. 452
Копорулина Е.В. 590, 614, 616
Коржов В.П. 464, 480, 482, 484
Корнев Ю.В. 246
Коровушкин В.В. 406
Королев Ю.Н. 678, 696
Королик О.В. 476
Коротков В.В. 438, 440
Корчуганова О.А. 568
Костюченко А.В. 450
Котов А.Д. 118
Котов Л.Н. 382
Коханчик Л.С. 192, 194
Коц И.Н. 368
Кочанов А.Н. 616
Кочеткова А.С. 486
Кравец В.А. 196, 530
Кравцов. Е.А. 142
Краевский С.В. 266
Крайнова Г.С. 230, 488
Краснов А.А. 490
Криничная Е.П. 492, 494
Круковский К.В. 496
Крушельницкий А.Н. 414
Ксенич С.В. 554
Кудинова О.И. 506
Кудров Б.В. 506
Кудрявцев В.В. 250
Кудышкин В.О. 240
Кузин А.Ю. 330, 342
Кузнецов А.А. 498
Кузнецов А.М. 198
Кузнецов Д.К. 374
Кузнецов О.С. 698, 722
Кузнецов Р.А. 638
Кузнецова М.А. 700
Кузнецова Т.А. 250, 444, 500
Кузнецова Я.В. 188, 198
Кузьмин В.А. 618, 620, 636
Кузьмина К.А. 490
Кукин В.Н. 12
Куклев В.Е. 698
Куликаускас В.С. 222
Куликов В.Б. 284
Кулинич В.И. 502
Кульницкий Б.А. 38, 48, 138, 504
Кумахова Т.Х. 662
Кумсков А.С. 14
Кунавин С.М. 498
Купреенко С.Ю. 226
Курганов Б.И. 670
Курганов И.Г. 314, 316, 318, 320, 322
Курдков Д.А. 530
Курек Д.В. 744
Курилкин М.О. 82
Курлов В.Н. 466, 468
Кусков М.Л. 506
Кутин А.А. 248, 420, 640
Кушнеров А.В. 572
Кущев С.Б. 450, 570
Кязумов М.Г. 166

Л

Лавлинский А.В. ... 702
Лаврентьев В. ... 440
Лаврентьев К.К. ... 370
Лавров С.Д. ... 252
Лагарькова М.А. ... 740
Лакеев С.Г. ... 642
Лапицкая В.А. ... 444, 500
Лапшин Р.В. ... 268
Ларионов Ю.В. ... 200, 202
Лашкова А.К. ... 254, 290, 292
Лебо И.Г. ... 70
Леготин С.А. ... 490
Лейпунский И.О. ... 506
Леонов Н.Б. ... 92
Леонова О.Г. ... 694, 704
Лепешов Г.Г. ... 172
Лисицын С.А. ... 358, 368
Лобов И.А. ... 258, 270
Ловыгин М.В. ... 20, 550
Логинов Ю.Ю. ... 408
Ложкин М.С. ... 68
Лопатин А.Я. ... 158
Лотков А.И. ... 496
Лукашова М.В. ... 204
Лукина Е.А. ... 162
Лукьянченко Е.М. ... 334
Лукьянчук А.А. ... 568
Лунёв А.В. ... 80
Лучин В.И. ... 158
Любутин И.С. ... 130
Лялько Е.С. ... 502
Лямин А.Н. ... 688
Лятун И. ... 344

М

Майорова О.В. ... 706, 724
Макаренков А.М. ... 552
Макаров Е.И. ... 22
Макарова И.П. ... 508
Макарова Л.И. ... 594
Максименко А.А. ... 40, 64
Малков А.А. ... 486
Малыгин А.А. ... 486
Мальцев П.П. ... 136
Малютенкова С.Э. ... 432
Манаков А.А. ... 402
Мантейфель В.М. ... 708
Манухова А.Д. ... 68
Манушкин А.А. ... 306
Маркевич М.И. ... 570
Маркеев А.М. ... 72
Маркелов Д.Е. ... 22
Марченко В.А. ... 394
Марченко Д. ... 296
Марченко И.В. ... 78
Марченков В.В. ... 404
Маслов А.К. ... 676
Матвеев Д.В. ... 112
Матюк В.М. ... 642
Махлянова А.М. ... 626
Медведев О.С. ... 566
Мезрин А.М. ... 556
Мейснер Л.Л. ... 54, 56
Мертвищева М.Е. ... 712
Местер А.Ю. ... 510
Мехрабова М.А. ... 526
Мешков Г.Б. ... 288
Милович Ф.О. ... 94
Миронов В.Л. ... 272
Миронова А.А. ... 710
Миронова И.П. ... 542
Митрин Б.И. ... 444
Митюхляев В.Б. ... 330, 342
Михайлов А.Н. ... 564
Михайлов А.О. ... 260
Михайловский В.Ю. ... 96, 372, 374
Михеев Н.Н. ... 206, 512, 514
Михуткин А.А. ... 78, 342, 630
Мишина Е.Д. ... 70
Мишина И.Д. ... 286
Мишкин В.П. ... 522
Модин Е.Б. ... 84, 98, 114, 140, 264
Мозжаров С.Е. ... 292
Мокрушин В.В. ... 498, 516, 544, 580
Молодцова О. ... 296
Молотков С.Н. ... 296
Морозов А. ... 518
Морозова А.С. ... 266, 608
Мотылева С.М. ... 712
Мохов А.В. ... 416, 622
Мочалова А.Е. ... 284
Мошков А.В. ... 736
Муравьёва Т. ... 518
Муравьева Т.И. ... 556
Муслимов А.Э. ... 100, 102, 104, 106, 274, 278
Мухина И.В. ... 750
Мясоедов А.В. ... 24, 76
Мясоедов Н.А. ... 724

Н

Навольнев С.О. ... 714
Надеждин С.В. ... 716
Нажим М.М. ... 182
Назаров А.М. ... 526
Некрасов Е.Д. ... 740
Некрасова И.В. ... 704
Нерадовский М.М. ... 362, 374
Несмелов А.А. ... 686
Неустроев В.С. ... 22
Никитин А.А. ... 110
Никифоров А.К. ... 722

Никифорова Г.Г. 594
Никифорова Н.А. 514
Николаев Д.П. 354
Николайчик В.И. 168, 170
Никольская В.В. 370
Никулина А.А. 520
Никулина Л.А. 678, 696
Нищев К.Н. 522
Новак А.В. 276
Новак В.Р. 276
Новиков Ю.А. 208, 210, 212
Новикова В.В. 172
Новожилова Т.Ю. 654
Новопольцев М.И. 522
Новохатская Н.И. 466, 468, 558
Нуждин В.И. 52
Нургазизов Н.И. 244
Нуриев И.Р. 526

О

Обвинцев А.Ю. 548
Обухов А.В. 22
Овнанян К.О. 720
Овнанян М.К. 720
Овсянников Д.А. 38
Овчаров А.В. 528
Овчинников В.В. 390
Овчинникова Г.И. 290
Овчинникова М.В. 722
Огнев А.В. 126
Озерин С.А. 494
Окада Д. 686
Окуда Т. 686
Омельченко Ю.К. 490
Ополченцев А.М. 278
Орехов А.С. 108, 110
Орехов А.С. 214
Орехова К.Н. 196, 530
Орлов В.И. 532, 534
Орлова Н.Н. 380
Орлова Ю.В. 724
Осин Ю.Н. 52
Осипов В.В. 536
Основин Л.Г. 728

П

Павлов В.Г. 392
Павлова Л.А. 624, 626
Палатников М.Н. 576
Папушина Т.И. 400
Папынов Е.К. 84, 114
Парахонский Б.В. 78
Парфёнов Н.М. 538
Пархоменко Ю.Н. 578
Патраков Е.И. 404, 428
Первухина А.М. 628
Пережогин И.А. 38, 48, 138, 504
Переяславцев А.Ю. 216
Першина Е.А. 112
Петлицкая Т.В. 132
Петлицкий А.Н. 132, 570
Петренко Д.Е. 478
Петржик Е.А. 254
Петров К.А. 84, 114
Петров Н.Н. 470, 472
Петров Ю.А. 364
Петров Ю.В. 96, 372, 374, 566
Петрова В.А. 214
Писарева С.А. 416
Пичкур Е.Б. 630
Пичугова С.В. 726, 728, 730
Платонова Т.А. 732
Плотников А.Д. 654
Плотников В.С. 98, 126, 140, 230, 264
Поворознюк С.Н. 396
Подкопаев А.А. 314, 316, 318, 320
Покидов А.П. 346
Полетика Т.М. 54, 56
Поликарпов М.А. 218
Полищук В.А. 92, 134, 542
Поляков А.Н. 220, 562
Полякова В.В. 280
Полянский Д.А. 230
Пономарев И.И. 436
Пономарев Ив.И. 436
Попенко В.И. 694, 704
Попов В.А. 116, 118, 120, 122
Попов В.Н. 702
Попов М.Ю. 38, 48, 138
Попова Е.Н. 428
Постников А.Ю. 516, 544
Потапкин О.Д. 308, 310, 312
Потехин А.А. 516, 544, 704
Пресняков М.Ю. 40, 70, 94, 124, 560
Привезенцев В.В. 222, 554, 578
Придворова С.М. 732
Приходько А.С. 12, 26
Приходько К.Е. 28
Пронин В.П. 160, 414
Пронин И.П. 70, 536
Просвиряков А.С. 122
Прохорова Л.В. 726
Пузикова Д.С. 60, 66
Пустовалов Е.В. 84, 114, 126, 140, 264
Путляев В.И. 612
Пушкарёв С.С. 136
Пщелко Н.С. 134

Р

Разгулина О.В. 554, 638, 648
Разницын О.А. 568
Разоренов Д.Ю. 436
Райхлин Н.Т. 668

Рау Э.И. 224, 226
Рашидова С.Ш. 240, 242, 646
Рашковец М.В. 520
Рашковский А.Ю. 338
Редькин А.Н. 546
Ри Хосен 434
Ри Э.Х. 434
Рогов О.Ю. 282
Рогожин А.Е. 360
Рогожкин С.В. 110, 568
Романов А.В. 348
Романов А.Е. 76
Ромашкова К.А. 420
Рощупкин Д.В. 350
Рудич Н.В. 30
Рудык Н.Н. 454
Румянцев А.В. 228
Рыбанцова Е. 32
Рыжова М.В. 546
Рынденков Д.В. 32
Рябинкина П.А. 520
Рябченко А.С 662, 734
Рязанов А.И. 80
Рязанцева М.В. 590

С

Сабанеева Е.В. 672
Сабирзянов Н.А. 682
Савицкая Т.Н. 314, 316, 318, 320
Савицкий А.И. 50, 58
Савченко Е.С 406
Садовская Н.В. 548, 642
Садраддинов С.А. 154
Садыгов Р.М. 526
Садыриин Е.В. 444
Сазанова Т.С. 284
Сазонов В.А. 550
Самардак А.С 126
Самохина А.И. 52
Санс-Ортис М.-Н. 98
Сапожников М.В. 96, 364
Сарычев О.Э. 570
Саубанова Л.Р. 234
Сахаров А.Н. 222
Сахаров Н.В. 644
Сачек Б.Я. 556
Сбитнева С.В. 34
Сверчков С.Е. 94
Светличный А.М. 358
Светличный В.М. 250
Свяжин А.Ю. 304
Сдобняков Н.Ю. 238
Сдобырев В.В. 402
Северин А.В. 42
Седловец Д.М. 366
Седов С.В. 678, 696
Седова И.В. 174, 456
Селезнева Е.В. 508
Семенов Н.А. 246
Семин В.О. 56
Семин С.В. 286
Семушин В.В. 576
Сенкевич С.В. 160, 536
Серегина Е.В. 552
Сибирев Н.В. 566
Сидоркевич М.В. 280
Сидоркин А.С. 536
Сидорова М.А. 632
Сильницкая О.А. 688
Симагина Л.В. 286
Синева М.В. 490
Синельников А.А. 128
Синецкая Д.А. 128
Синицына О.В. 288, 594, 634
Ситанская А.В. 612
Ситникова А.А. 174, 446, 456
Скачков В.М. 682
Скибицкая Н.А. 636
Скороходов Е.В. 272, 398
Скупов К.М. 436
Слоан Дж. 14
Смирнов А.И. 520
Смирнов В.А. 234, 236, 280, 452
Смирнов В.П. 340
Смирнов Д.И. 352
Смирнова Е.А. 668
Смирнова Т.П. 74
Смирнова Ю.В. 702
Снигирев А. 344
Снигирева И. 344
Снигиревская Е.С. 736
Соболев Б.П. 168
Созонтов Е.А. 478
Соколов В.Н. 554, 638, 648
Соколова И.Н. 668
Солдатенко Е.В. 738
Соловьев В.А. 426
Соловьев Я.А. 570
Соловьева А.С. 266
Соловьева А.Ю. 130
Солодилов В.И. 386
Солодуха В.А. 570
Сорокин Л.М. 24, 76
Сорокин Н.И. 168
Сорокин С.В. 174
Сорокина К.Л. 254
Соснов Е.А. 486
Спасенных М.Ю. 630
Спирин А.В. 360
Станчик А.В. 46, 132
Старицын М.В. 414
Старков В.В. 490
Стеблий М.Е. 126

Стенькин Ю.А. 10, 396
Степанов А.В. 522
Степанов А.Л. 52
Степанова К.В. 474
Степович М.А. 146, 220, 348, 406, 412, 514, 552, 562
Стецько Д.В. 258, 270
Стивенсон К.Дж. 186
Столярова О. 518
Столярова О.О. 556
Сторчак В.Г. 2, 16, 18
Стрелецкий А.Н. 506
Стрельцов Д.Р. 360
Суворова Е.И. 4, 42, 72, 324, 326
Судиловская К.А. 250, 444
Судьин В.В. 636
Сулейманов Е.В. 644
Сульдина Л.А. 740
Сульянов С.Н. 100
Суродин С.И. 644
Суханова Т.Е. 248, 250, 420, 640
Сырова Н.А. 722

Т

Табачкова Н.Ю. 578
Татаринов В.В. 624
Татаринцев А.А. 224, 226
Татарский Д.А. 158, 364
Тверской В.Б. 184
Темирязев А.Г. 640
Темирязева М.П. 640
Терещенко А.И. 478
Тиванов М.С. 46, 476
Тимошенков А.С. 538
Тимошенков С.П. 538
Титаев Д.Н. 644
Тихонов А.И. 406
Ткачев В.В. 230, 264
Ткачев С.В. 266
Тодорова Е.В. 86
Тодуа П.А. 330, 342
Токмачев А.М. 2, 16, 18
Толмачев В.А. 256
Толстик В.Е. 474
Толстихина А.Л. 254, 286, 290, 292
Толстун А.Н. 558
Томаев В.В. 134
Томашпольский Ю.Я. 642
Томинов Р.В. 236
Трифонов А.Ю. 222
Трофимов О.В. 366
Трунькин И.Н. 136, 560
Тулакина Л.Г. 726, 728, 730
Туртин Д.В. 220, 562
Тысченко И.Е. 564
Тюкалова Е.В. 48, 138

У

Убыйвовк Е.В. 566
Упадышева Г.Ю. 712
Упицка О. 500
Уразов К.А. 62
Урусов А.А. 340
Усачев Е.Ю. 306
Усманов Д.К. 294
Устинов В.В. 142
Утешева В.А. 666
Уткин Д.В. 698

Ф

Фадеева Е.О. 742
Фатчева А.В. 650
Федорец А.Н. 126, 140, 230, 264
Федотов А.А. 454
Феклисова О.В. 532, 534
Филатова А.Г. 594
Филимонова Л.В. 594
Филиппов М.Н. 330, 342, 348, 552
Фирсова Н.Ю. 70
Флегонтова Е.Ю. 510
Фоменкова А.А. 706
Фраерман А.А. 272
Фролов А.М. 488
Фрумкина Л.Е. 750
Фукин Г.К. 644
Фукина Д.Г. 644

Х

Хабарова И.А. 614
Хайдаров А.А. 224
Халилова Л.А. 706, 724
Ханипов Т.Ф. 244
Хатипов Р.С. 548
Хатипов С.А. 548
Хилл. Э. 98
Хлебникова Ю.В. 528
Хмеленин Д.Н. 70
Хорошилов В.В. 568
Храмов Г.В. 716
Хрипунов А.К. 42
Хрыкин О.И. 398
Хусаинов У.А. 646
Хэмон С. 98

Ц

Цаплева А.С. 82
Царев М.В. 498, 544
Царева И.А. 516, 544
Цессарская А.К. 230
Цыбин Н.Н. 158
Цырлин Г.Е. 566

Ч

Чайка А.Н. 296
Чапланов А.М. 570
Чеверикин В.В. 490
Чегодаев А. 188
Чезганов Д.С. 362, 374
Черков А.Г. 564
Черкун Н.В. 634
Черникова А.Г. 72
Чернов М.С. 638, 648
Чертова И.А. 502
Чесноков Ю.М. 78, 142, 144, 528, 664
Чижик С.А. 250, 444, 500
Чистяков В.В. 404
Чувакова М.А. 362, 374
Чудинова Ю.В. 744
Чукалина М.В. 354
Чукланов А.П. 244
Чулков Д.В. 544
Чуфаров А.Ю. 682

Ш

Шабанова Т.А. 650
Шабельникова Я.Л. 376
Шабрин А.Д. 300, 302
Шавкин С.В. 528
Шаржуков А.С. 384
Шаров В.А. 260
Шаров Т.В. 372
Шатров А.Б. 746
Шафоростова М.С. 246
Шашков С.Н. 132
Шведченко Д.О. 4, 324, 326
Швец И.В. 296
Шеваль Е.В. 658, 700
Шевлягина Н.В. 688
Шевченко А.А. 506
Шелухина А.И. 474
Шемардов. С.Г. 144
Шемухин А.Н. 222
Шепелевич В.Г. 424, 572, 574
Шибаев В.П. 288
Шибзухова К.А. 748
Шипко М.Н. 406
Широкова А.Г. 682
Широкова Е.В. 146
Широкова О.М. 750
Шичалин О.О. 84, 114
Шкловер В.Я. 6, 690
Школдин В.А. 148, 188
Шкорняков С.М. 176
Шмидт Е.Ю. 54
Штейн-Марголина В.А. 670
Шубина М.Ю. 752
Шульга А.М. 474
Шур В.Я. 362, 374
Шустов Д.Б. 148, 150, 188
Шут В.Н. 292

Щ

Щанова Н.О. 726
Щербакова Н.Е. 698
Щербачев К.Д. 578
Щербаченко Л.П. 574
Щербина О.Б. 576

Э

Эйдельман К.Б. 578
Эльдаров Ч.М. 754

Ю

Югай С.М. 240, 242, 646
Юмашев О.Б. 246
Юнин П.А. 398
Юнчина О.Ю. 498, 516, 544, 580
Юрковец Д.И. 638, 648
Юрьев В.А. 582
Юрьева Т.В. 582
Юшков А.А. 88, 90

Я

Явецкий Р.П. 644
Якиманский А.В. 248
Якимов Е.Б. 180, 218, 490, 532, 534, 546
Якимов Е.Е. 546
Яминский И.В. 288, 594, 634
Ярыкин Н.А. 532
Яскевич В.И. 60, 66
Ястребков А.А. 340
Яцишина Е.Б. 478
Яшечкин Ю.И. 698