

4-я ШКОЛА
«МЕТРОЛОГИЯ
И СТАНДАРТИЗАЦИЯ
В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ
И НАНОИНДУСТРИИ.
ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ
НАНОМАТЕРИАЛЫ»
26–29 АПРЕЛЯ 2011 г.

г. Новосибирск

Организаторы:
ОАО «РОСНАНО»

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

СОДЕРЖАНИЕ

Общая информация о школе	4
Информация об организаторах.....	6
Программа школы.....	7
Тезисы лекций и докладов.....	16
Тезисы стендовых докладов.....	54
Информация об участниках выставки.....	90

ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ О 4-ой ШКОЛЕ «МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И НАНОИНДУСТРИИ. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ»

Организаторы

ОАО «РОСНАНО»

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Оператор школы

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР РОСНАНО

Цель школы

Школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии» является коммуникационной и образовательной площадкой, направленной на обсуждение актуальных проблем и повышение квалификации специалистов компаний nanoиндустрии, регулирующих органов, центров коллективного пользования, испытательных центров и лабораторий в области метрологического обеспечения производств, испытаний продукции nanoиндустрии и стандартизации

Тематика школы

- Измерительные возможности и нормативное обеспечение инфраструктуры nanoиндустрии РФ
- Методы измерений для метрологии nanoиндустрии
- Характеризация функциональных наноматериалов разных типов современными методами измерений

Организационный комитет

Малышев А.Б.	председатель ОАО «РОСНАНО»
Замулина Т.В.	секретарь Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Бабкина О.В.	Томский государственный университет
Бухтияров В.И.	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Иванов В.В.	Метрологический центр РОСНАНО
Латышев А.В.	Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН
Санарова Е.В.	ОАО «РОСНАНО»
Плутенко А.Д.	ОАО «РОСНАНО»
Сухарев В.С.	Метрологический центр РОСНАНО
Ткачук Ю.Г.	ОАО «РОСНАНО»
Крылова Н.С.	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН

Программный комитет

Иванов В.В.	сопредседатель Метрологический центр РОСНАНО
Крутиков В.Н.	сопредседатель Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Асеев А.Л.	сопредседатель Сибирское отделение РАН
Алымов М.И.	Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
Бредихин С.И.	Институт физики твердого тела РАН
Бухтияров В.И.	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Васильев А.Л.	РНЦ «Курчатовский институт»
Золотаревский Ю.М.	ФГУП «ВНИИОФИ», Москва
Калюжный С.В.	ГК «Роснанотех», Москва
Качак В.В.	Министерство образования и науки РФ
Кашкаров П.К.	НИЦ «Курчатовский институт»
Киселев Н.А.	Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН
Латышев А.В.	Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН
Лахов В.М.	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Левашов Е.А.	НИТУ «МИСиС»
Ляхов Н.З.	Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
Майер Г.В.	Томский государственный университет
Матвейчук В.Ф.	Сибирский научно-исследовательский институт метрологии
Окрепилов В.В.	ФГУ «Тест - С.-Петербург»
Охлопкова А.А.	Северо-Восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова
Пушин В.Г.	Институт физики металлов УрО РАН
Разумов В.Ф.	Институт проблем химической физики РАН
Сагдеев Р.З.	Международный томографический центр СО РАН
Собянин В.А.	Новосибирский государственный университет
Ткачук Ю.Г.	ОАО «РОСНАНО»
Тодуа П.А.	Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума

ОАО «РОСНАНО»

Открытое акционерное общество «РОСНАНО» создано в марте 2011 г. путем реорганизации государственной корпорации «Российская корпорация нанотехнологий». ОАО «РОСНАНО» реализует государственную политику по развитию nanoиндустрии, выступая соинвестором в нанотехнологических проектах со значительным экономическим или социальным потенциалом. 100% акций ОАО «РОСНАНО» находится в собственности государства.

Задачи государственной корпорации «Российская корпорация нанотехнологий» по созданию нанотехнологической инфраструктуры и реализации образовательных программ выполняются Фондом инфраструктурных и образовательных программ, также созданным в результате реорганизации госкорпорации.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии входит в систему федеральных органов исполнительной власти Российской Федерации и находится в ведении Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Оно образовано в соответствии с Указом Президента Российской Федерации от 20 мая 2004 г. № 649 "Вопросы структуры федеральных органов исполнительной власти".

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии является федеральным органом исполнительной власти, осуществляющим функции по оказанию государственных услуг, управлению государственным имуществом в сфере технического регулирования и метрологии. До внесения изменений в законодательные акты Российской Федерации Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии осуществляет лицензирование деятельности по изготовлению и ремонту средств измерений, а также функции по государственному метрологическому контролю и надзору. Федеральное агентство осуществляет также контроль и надзор за соблюдением обязательных требований государственных стандартов и технических регламентов до принятия Правительством Российской Федерации решения о передаче этих функций другим федеральным органам исполнительной власти.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии ведет свою деятельность в соответствии с Положением, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 17 июня 2004 г. № 294.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии осуществляет свою деятельность непосредственно, через свои территориальные органы и через подведомственные организации.

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Сибирское отделение Российской академии наук (СО РАН) образовано в 1957г. по инициативе академиков М.А. Лаврентьева, С.Л. Соболева, С.А. Христиановича.

СО РАН является региональным объединением научно-исследовательских, опытно-конструкторских, производственных организаций РАН, а также подразделений, обеспечивающих функционирование инфраструктуры научных центров, расположенных на территории Сибири в 7 областях, 2 краях и 4 республиках (общая площадь территории около 10млн. кв. км).

СО РАН состоит из Новосибирского, Томского, Красноярского, Иркутского, Якутского, Улан-Удэнского, Кемеровского, Тюменского и Омского научных центров. Кроме того, в Барнауле, Бийске, Чите и Кызыле расположены отдельные институты. При этом примерно половина сосредоточена в Новосибирском научном центре. В составе СО РАН 74 научно-исследовательских и 13 конструкторско-технологических учреждений, работающих в области физико-математических, технических, химических и биологических наук, наук о Земле, гуманитарных и экономических наук. Примерно половина потенциала Отделения сосредоточена в Новосибирском научном центре. Среди работающих в СО РАН в настоящее время 10327 научных сотрудников (в НИЦ - 5872), в том числе 1303 докторов и 5058 кандидатов наук (в НИЦ 841 и 2890). В составе СО РАН 55 академиков и 64 чл.-кор. РАН (в НИЦ - 39 и 38). Учеными СО РАН получено 17 дипломов на открытия, зарегистрировано около 12 тыс. изобретений, продано иностранным фирмам около 60 лицензий на использование патентов и "ноу-хау".

На базе институтов Отделения организованы и работают 18 международных исследовательских центров, соучредителями которых наряду с Сибирским отделением РАН являются научные организации и университеты стран Европы, США и Японии. Эти центры действуют как добровольные международные неправительственные организации (открытые институты или лаборатории) под эгидой СО РАН и ведут исследования по крупным междисциплинарным проблемам.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР РОСНАНО

Метрологический центр РОСНАНО (МЦ РОСНАНО) – дочернее предприятие РОСНАНО, учрежденное в 2010 году с целью эффективного удовлетворения потребностей компаний nanoиндустрии в метрологическом обеспечении, необходимом для выпуска качественной, конкурентоспособной, безопасной продукции и минимизации барьеров при ее выводе на международные рынки. МЦ РОСНАНО является частью Системы метрологического обеспечения РОСНАНО, созданной в координации с Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии.

Метрологический центр РОСНАНО оказывает услуги по метрологическому обеспечению компаний nanoиндустрии, экспертизе нанотехнологий и испытаниям продукции, а также организует обучение специалистов компаний nanoиндустрии в сфере метрологии.

Деятельность МЦ РОСНАНО строится на основе последних достижений национальной и международной нанометрологии. В решении задач МЦ РОСНАНО опирается на измерительные и испытательные возможности компетентных организаций инфраструктуры метрологии nanoиндустрии Российской Федерации.

ПРОГРАММА 4-ой ШКОЛЫ
«МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ В
НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И НАНОИНДУСТРИИ.
ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ»

Понедельник **25 апреля**

17.00 – 20.00 Регистрация участников
(гостиница «Золотая долина»)

Вторник **26 апреля**

8.30 Начало регистрации участников
(Малый зал Дома ученых СО РАН)

9.20 – 10.00 Открытие школы

**ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ
И НОРМАТИВНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ
ИНФРАСТРУКТУРЫ НАНОИНДУСТРИИ РФ**

Сессия 1 В.Н. Крутиков
(Федеральное агентство по техническому
регулированию и метрологии, Москва)
В.В. Иванов
(Метрологический центр РОСНАНО, Москва)

10.00 – 10.35 **K1. РЕЗУЛЬТАТЫ РЕАЛИЗАЦИИ ФЦП «РАЗВИТИЕ
ИНФРАСТРУКТУРЫ НАНОИНДУСТРИИ В
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ НА 2008-2010 ГОДЫ»
ПО РАЗВИТИЮ МЕТОДИЧЕСКОЙ И
НОРМАТИВНОЙ БАЗЫ МЕТРОЛОГИИ**
Крутиков Владимир Николаевич
(заместитель руководителя Федерального
агентства по техническому регулированию и
метрологии)
Лахов Владимир Михайлович
(начальник управления метрологии
Федерального агентства по техническому
регулированию и метрологии)

10.35 – 11.10 **K2. ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ РАБОТ ПО
РАЗВИТИЮ МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ
МЕТРОЛОГИИ НАНОИНДУСТРИИ РФ В 2011 Г.**
Золотаревский Юрий Михайлович
(профессор, заместитель директора по научной
работе, Всероссийский научно-
исследовательский институт оптико-физических
измерений, Москва)

11.10 – 11.30 Кофе-брейк, выставка

11.30 – 12.05 **K3. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ
СОВРЕМЕННЫХ СКАНИРУЮЩИХ ЗОНДОВЫХ
МИКРОСКОПОВ**
Быков Виктор Александрович
(профессор, генеральный директор, НТ-МДТ,
Зеленоград)

12.05 – 12.40 **K4. ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ РОССИЙСКИХ И
МЕЖДУНАРОДНЫХ ОРГАНОВ ПО
СТАНДАРТИЗАЦИИ В НАНОИНДУСТРИИ**
Титов Евгений Антонович
(заведующий отделом «Перспективных
технологий и новой техники», Всероссийский
научно-исследовательский институт
стандартизации и сертификации в
машиностроении, Москва)

12.40 – 13.15 **K5. РАЗВИТИЕ РАБОТ В ОБЛАСТИ
НАНОТЕХНОЛОГИЙ И ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ
ОБЕСПЕЧЕНИЕ В СИБИРСКОМ ФЕДЕРАЛЬНОМ
ОКРУГЕ**
Шувалов Геннадий Владимирович
(заместитель директора по науке, Сибирский
научно-исследовательский институт
метрологии, Новосибирск)

13.15 – 13.30 **Д1. ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО
ПОЛЬЗОВАНИЯ ГНЦ ФГУП "ЦЕНТР КЕЛДЫША"
ПО НАПРАВЛЕНИЮ "ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ
НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОСМИЧЕСКОЙ
ТЕХНИКИ**
Савушкина Светлана Вячеславовна
(ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Москва)

13.30 – 14.30 Обед

Сессия 2 В.И. Бухтияров
(Институт катализа СО РАН, Новосибирск)
А.Л. Васильев
(НИЦ «Курчатовский институт», Москва)

14.30 – 15.05 **K6. ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ОТРАСЛЕВОГО ОТДЕЛЕНИЯ
«ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ И
ВЫСОКОЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА» И ЕГО
ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ЦЕНТРА – ТОМСКОГО
РЕГИОНАЛЬНОГО ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО
ПОЛЬЗОВАНИЯ (ИЦ ТРЦКП)**
Бабкина Ольга Владимировна
(к.х.н., директор Томского регионального
центра коллективного пользования, Томский
государственный университет, Томск)

15.05 – 15.40 **K7. ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА
КОМПОЗИТНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ И ИХ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В
АВИАЦИОННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**
Луценко Алексей Николаевич
(к.т.н., начальник управления, Всероссийский
научно-исследовательский институт
авиационных материалов, Москва)



15.40 – 15.55 **Д2. МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИЗУЧЕНИЯ НАНОГЕОБЪЕКТОВ**
Наумкина Наталья Ивановна
(Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых, Казань)

15.55 – 16.10 **Д3. СОЗДАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА И НОРМАТИВНО–МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ, ФИЗИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ, ПОЛИМЕРНЫХ И КЕРАМИЧЕСКИХ КОНСТРУКЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
Первухина Мария Сергеевна
(ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург)

16.10 – 16.30 Дискуссия

16.30 – 16.40 Презентация компании НТНК

16.40 – 18.30 **СТЕНДОВАЯ СЕССИЯ**

Среда

27 апреля

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ МЕТРОЛОГИИ НАНОИНДУСТРИИ

Сессия 3 П.А. Тодуа
(Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва)
В.Г. Пушин
(Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург)

9.00 – 9.35 **К8. КОНЦЕПТУАЛЬНЫЕ ОСНОВЫ МЕТРОЛОГИИ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ**
Тодуа Павел Андреевич
(профессор, генеральный директор, Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва)

9.35 – 10.10 **К9. МЕТОДЫ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ**
Васильев Александр Леонидович
(к.ф.-м.н, руководитель Агентства нанотехнологий и наноматериалов НИЦ «Курчатовский институт», Москва)

10.10 – 10.45 **К10. ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ И РАСТРОВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, МЕТОДЫ, АППАРАТУРНЫЕ СРЕДСТВА: НАНОДИАГНОСТИКА И НАНОМЕТРОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ**
Пушин Владимир Григорьевич
(профессор, зав. лабораторией Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург)

10.45 – 11.00 **Д4. ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СТУПЕНЧАТЫХ ТЕСТ-ОБЪЕКТОВ ДЛЯ КАЛИБРОВКИ ПРИБОРОВ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ**
Щеглов Дмитрий Владимирович
(к.ф.-м.н., Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск)

11.00 – 11.30 Кофе-брейк, выставка

11.30 – 12.05 **К11. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ В СОВРЕМЕННОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**
Чувиллин Андрей Леонидович
(профессор, зав. лабораторией, CIC nanoGUNE Consolider, Испания)

12.05 – 12.40 **К12. ТРЕХМЕРНАЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ И АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУР ЭЛЕКТРОННО- И ИОННО-ЛУЧЕВЫМИ МЕТОДАМИ: ОТ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ К ПРАКТИЧЕСКОМУ ИСПОЛЬЗОВАНИЮ**
Шкловер Владимир Яковлевич
(генеральный директор, ООО «Системы для микроскопии и анализа», Москва)

12.40 – 12.55 **Д5. ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПИКОМЕТРОВОГО РАЗРЕШЕНИЯ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТЕЙ**
Сысоев Евгений Владимирович
(к.т.н., Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО РАН, Новосибирск)

12.55 – 13.10 **Д6. ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ВОЛНОВЫХ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЙ В ДИАПАЗОНЕ 1...1000 НМ**
Бахтизин Рауф Загидович
(профессор, зав. кафедрой, Башкирский государственный университет, Уфа)

13.10 – 13.20 Дискуссия

13.20 – 13.30 Презентация компании Меттлер Толодо

13.30 – 14.30 **Обед**

Сессия 4 А.В. Латышев
(Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск)
Д.И. Кочубей
(Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)

14.30 – 15.05 **К13. ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ В ИССЛЕДОВАНИИ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОСТРУКТУРЫ ПОРОШКОВЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
Цыбуля Сергей Васильевич
(профессор, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)

15.05 – 15.40 **K14. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТРУКТУРЫ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПО ДАННЫМ EXAFS-СПЕКТРОСКОПИИ**
 Кочубей Дмитрий Иванович
 (д.ф.-м.н., зав. лабораторией, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)

15.40 – 16.15 **K15. ПРИМЕНЕНИЕ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ**
 Попик Василий Михайлович
 (к.ф.-м.н., Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск)

16.15 – 16.25 Презентация компании Экситон Аналитик

16.25 – 16.45 Кофе-брейк, выставка

16.45 – 17.20 **K16. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ И НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ**
 Петржик Михаил Иванович
 (к.т.н., Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва)

17.20 – 17.35 **D7. МЕТОДИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ НА НАНОМЕТРОВом МАСШТАБЕ**
 Усеинов Алексей Серверович
 (к.ф.-м.н., ФГУ «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов», Троицк)

17.35 – 17.50 **D8. ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА СЛОИСТЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
 Рыхлицкий Сергей Владимирович
 (к.т.н., зав. лабораторией, Институт физики полупроводников им. А.В.Ржанова СО РАН)

17.50 – 18.05 **D9. ВРЕМЯПРОЛЕТНАЯ ВТОРИЧНО ИОННАЯ МАССПЕТРОМЕТРИЯ: ИССЛЕДОВАНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СЛОИСТЫХ СТРУКТУР**
 Бредихин Иван Сергеевич
 (главный специалист, Техноинфо Лтд.)

18.05 – 18.15 Дискуссия

18.15 – 20.00 Перерыв

20.00 – 21.30 **Круглый стол «Актуальные проблемы метрологического обеспечения производства в наноиндустрии»**

Четверг

28 апреля

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ РАЗНЫХ ТИПОВ СОВРЕМЕННЫМИ МЕТОДАМИ ИЗМЕРЕНИЙ

Сессия 5 **А.Н. Озерин**
 (Институт синтетических полимерных материалов РАН, Москва)
В.Е. Юдин
 (Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург)

9.00 – 9.35 **K17. ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ СТРУКТУРЫ ПОЛИМЕР-МАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
 Озерин Александр Никифорович
 (чл.-корр. РАН, директор, Институт синтетических полимерных материалов РАН, Москва)

9.35 – 10.10 **K18. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ РАВНОМЕРНОСТИ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ НАНОЧАСТИЦ В ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕ И СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ**
 Юдин Владимир Евгеньевич
 (д.ф.-м.н., зав. лабораторией «Механика полимеров и композиционных материалов», Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург)

10.10 – 10.45 **K19. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ КОМПОЗИЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
 Муравская Наталья Павловна
 (заместитель директора по качеству, Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва)

10.45 – 11.00 **D10. СУБМИЛЛИМЕТРОВАЯ ЛАЗЕРНАЯ АБЛЯЦИЯ, КАК МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА НАНОСИСТЕМ РАЗЛИЧНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ**
 Петров Александр Константинович
 (д.х.н., Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск)

11.00 – 11.30 Кофе-брейк, выставка

11.30 – 12.05 **K20. ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ И ТОНКИХ ПЛЕНОК**
 Латышев Александр Васильевич
 (чл.-корр. РАН, зам. директора по научной работе, Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск)

12.05 – 12.40	K21. НАНОСТРУКТУРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ – НОВЫЙ ПОДХОД ДЛЯ СОЗДАНИЯ ДЕШЕВЫХ И ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ СОЛНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И ОПТОЭЛЕКТРОННЫХ ПРИБОРОВ Дориана Димова-Малиновска (профессор, Центральная Лаборатория Солнечной Энергии и Новых Энергетических Источников, Болгарская Академия Наук)	15.35 – 15.50	D15. МЕТОД АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В ИССЛЕДОВАНИИ СТРУКТУРЫ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ КЕРАМИКИ Дерягина Ирина Леонидовна (к.т.н., Институт Электрофизики УрО РАН, Екатеринбург)
12.40 – 12.55	D11. АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ, ХИМИЧЕСКОГО И ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ Каичев Василий Васильевич (к.ф.-м.н., Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)	15.50 – 16.00	Дискуссия
12.55 – 13.10	D12. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ АСМ ДЛЯ ОЦЕНКИ МЕЖФАЗНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В СМЕСЯХ ПОЛИМЕРОВ Шадрин Николай Викторович (зав. лабораторией, Северо-Восточный федеральный университет, Якутск)	16.00 – 16.10	Презентация компании Техноинфо Лтд.
13.10 – 13.20	Дискуссия	16.10 – 16.30	Кофе-брейк, выставка
13.20 – 14.30	Обед	16.30 – 17.05	K23. МЕТОДОЛОГИЯ ТЕСТИРОВАНИЯ КАТАЛИТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ Бухтиярова Галина Александровна (к.х.н., руководитель группы гидрогенизационных процессов, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)
Сессия 6	Д.Н. Захаров (Birck Nanotechnology Center and School of Materials Engineering, Purdue University, США) Е.П. Найден (Томский государственный университет, Томск)	17.05 – 17.20	D16. РАЗМЕРНЫЙ ЭФФЕКТ ПРИ ОКИСЛЕНИИ НАНОЧАСТИЦ ПЛАТИНЫ НА ГРАФИТЕ ДИОКСИДОМ АЗОТА. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РФЭС И СТМ. Калинкин Александр Васильевич (к.х.н., Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)
14.30 – 15.05	K22. КАТАЛИТИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В ГАЗОВОЙ СРЕДЕ Захаров Дмитрий Николаевич (к.ф.-м.н., Birck Nanotechnology Center and School of Materials Engineering, Purdue University, США)	17.20 – 17.35	D17. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОИЗВОДСТВА ЭЛЕМЕНТОВ СВЧ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ КЕРАМИКИ Матвейчук Владимир Федорович (директор, Сибирский научно-исследовательский институт метрологии, Новосибирск)
15.05 – 15.20	D13. ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ЧАСТОТАХ ВЕРХНЕГО ГИГАГЕРЦОВОГО И ТЕННАГЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНОВ Найден Евгений Петрович (профессор, Томский государственный университет, Томск)	17.35 – 17.50	D18. РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ Ильин Александр Петрович (профессор, зав. кафедрой, Томский политехнический университет, Томск)
15.20 – 15.35	D14. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК НЕКОТОРЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ РАЗЛИЧНЫХ ФИЗИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ Беляев Виктор Васильевич (д.т.н., зав. кафедрой, Московский государственный областной университет, Москва)	17.50 – 18.05	D19. XAFS- СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ МАССИВОВ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК Эренбург Симон Борисович (к.ф.-м.н., Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск)
		18.05 – 18.20	D20. ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ОРГАНОЗОЛЕЙ МЕТОДАМИ НЕВОДНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА И ФОТОН – КОРРЕЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ Поповецкий Павел Сергеевич (Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск)
		18.20 – 18.30	Дискуссия
		19.00 – 21.00	Товарищеский ужин

Пятница **29 апреля**

Сессия 7 **О.В. Карпов**
(ВНИИФТРИ, Менделеево)
В.М. Попик
(Институт ядерной физики СО РАН,
Новосибирск)

9.30 – 10.05 **K24. НАНОЧАСТИЦЫ, ИХ РАЗМЕР И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ**
Карпов Олег Викторович
(к.ф.-м.н., начальник НИО, Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево)

10.05 – 10.40 **K25. ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛИТИЙ-ИОННЫХ АККУМУЛЯТОРОВ**
Косова Нина Васильевна
(к.х.н., Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск)

10.40 – 10.55 **D21. ИЗМЕРЕНИЕ ПОЛЯРИЗАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК БИОЛОГИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ДИСПЕРСНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**
Генералов Владимир Михайлович
(к.т.н., Федеральное государственное учреждение науки «Государственный научный центр вирусологии и биотехнологии «Вектор» Новосибирск)

10.55 – 11.10 **D22. КОМБИНАЦИОННОЕ РАССЕЯНИЕ СВЕТА В УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУРАХ**
Володин Владимир Алексеевич
(к.ф.-м.н., Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН)

11.10 – 11.40 **Заккрытие школы**

ПРОГРАММА СТЕНДОВОЙ СЕССИИ
4-ой ШКОЛЫ «МЕТРОЛОГИЯ И
СТАНДАРТИЗАЦИЯ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И
НАНОИНДУСТРИИ. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ
НАНОМАТЕРИАЛЫ»

Вторник, 26 апреля, 16.40

ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ И НОРМАТИВНОЕ
ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФРАСТРУКТУРЫ НАНОИНДУСТРИИ РФ

- C1** ВОЗМОЖНОСТИ СЕРТИФИКАЦИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ РАЗЛИЧНОГО НАЗНАЧЕНИЯ В УСЛОВИЯХ ХОЛОДНОГО КЛИМАТА
Буренина О.Н., Попов С.Н., Бабенко Ф.И.
Институт проблем нефти и газа СО РАН, Якутск
- C2** ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ВТОРИЧНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ ВЗВЕСЕЙ НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА (ГВЭТ 163-1-2010). МЕРЫ ЛИНЕЙНОГО РАЗМЕРА И СЧЁТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ
Данькин Д. А., Балаханов М. В., Карпов О. В., Балаханов Д. М., Лесников Е. В.
Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево
- C3** КЛАССИФИКАЦИЯ НАНОСТРУКТУР И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ
А.А. Дудин¹, Е.Ф. Кустов²
¹Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва
²Московский энергетический институт (технический университет), Москва
- C4** ИЗМЕРЕНИЯ СЧЕТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЭРОИОНОВ В ДИАПАЗОНЕ РАЗМЕРОВ ОТ 0,2 ДО 0,7 нм. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ ЭТАЛОН ГЭТ 177-2010.
О.В. Карпов, С.В. Колерский, А.В. Журавлев, С.С. Колерская
Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево
- C5** ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ, ВЗВЕСЕЙ И ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ (ГЭТ 163 - 2010)
Е.В. Лесников, М.В. Балаханов, О.В. Карпов, Д.М. Балаханов
Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево
- МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ МЕТРОЛОГИИ НАНОИНДУСТРИИ**
- C6** ПРЕЦИЗИОННЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ НАНОСТРУКТУР, СОЗДАНЫХ МЕТОДОМ ФОКУСИРОВАННОГО ИОННОГО ПУЧКА НА СТУПЕНЧАТОЙ ПОВЕРХНОСТИ Si(111)
Т.В. Козлова, С.С. Косолобов, А.В. Латышев
Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
- C7** СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ И АВТОМАТИЧЕСКОЙ КОРРЕКТИРОВКИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ОПТИЧЕСКИХ ПЛЕНОК И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЕВ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ
К.Ю. Куваев
ОАО Техноинфо, г. Москва
- C8** АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЯ ШИРОКОГО РАЗМЕРНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ АЭРОЗОЛЯ ДИФфуЗИОННОЙ БАТАРЕЕЙ И ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИМ СЧЕТЧИКОМ
С.Б. Малышкин¹, А.С. Козлов¹, А.К. Петров¹, А.С. Сафатов²
¹Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск
²Федеральное государственное учреждение науки «Государственный научный центр вирусологии и биотехнологии "Вектор" Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Кольцово, Новосибирская область
- C9** ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В АМОРФНОЙ МАТРИЦЕ ПРИ ВРЭМ-ИССЛЕДОВАНИЯХ
М.А. Неклюдова^{1,2}, А.К. Гутаковский¹
¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск
²Новосибирский Государственный Университет
- C10** РАЗМЕРЫ НАНООБЪЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ И ДЕФЕКТНЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ ПОЗИТРОННОЙ АННИГИЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
В.И. Графутин, О.В. Илюхина, Г.Г. Мясичева, Е.П. Прокопьев, Г.И. Савельев, С.П. Тимошенко, Ю.В. Фунтиков
Институт Теоретической и Экспериментальной Физики им. А.И.Алиханова (ИТЭФ), Москва
- C11** ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ
Е.Е. Родякина¹, С.С. Косолобов^{1,2}, А.В. Латышев^{1,2}
¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
²Новосибирский государственный университет
- C12** МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ
С.В. Рыхлицкий¹, В.А. Швец¹, Г.Н. Вишняков², Г.Г. Левин²
¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск,
²ФГУП ВНИИОФИ, г. Москва

-
- C13 ЭКСПРЕСС – ДИАГНОСТИКА БИОЧИПОВ НОВОГО ПОКЛОЛЕНИЯ МЕТОДОМ ОТОБРАЖАЮЩЕЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ**
 Е.В. Спесивцев¹, С.В. Рыхлицкий¹, В.Н. Кручинин¹, Д.В. Пышный², А.Н. Сняжков²
¹Институт физики полупроводников СО РАН им. А.В. Ржанова
²Институт химической биологии и фундаментальной медицины СО РАН, Новосибирск
-
- C14 ДИАГНОСТИКА МАГНИТНЫХ НАНОСТРУКТУР МЕТОДОМ МАГНИТОЭЛЛИПСОМЕТРИИ В ПРОЦЕССЕ РОСТА**
С.В. Рыхлицкий¹, В.А. Швец¹, С.Г. Овчинников², Н.Н. Косырев², В.Н. Заблуда², Д.В. Шевцов²
¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск,
²Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, г. Красноярск
-
- C15 ПРЕЦИЗИОННЫЙ КОНТРОЛЬ БИОНАНОТЕХНОЛОГИЙ МЕТОДОМ ПЛАЗМОН-ЭЛЛИПСОМЕТРИИ**
С.В. Рыхлицкий¹, С.Е. Пельтек², М.И. Воевода³, В.Н. Кручинин¹, Е.В. Спесивцев¹, В.А. Швец¹,
¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
²Институт цитологии и генетики СО РАН, г. Новосибирск
³Институт терапии СО РАМН, г. Новосибирск
-
- C16 ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБЪЕКТОВ НАНОТЕХНОЛОГИЙ**
 Н.С. Козлова, М.И. Петржик, Н.А. Симинел
 Национальный Исследовательский Технологический Университет «МИСиС», Москва
-
- C17 РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ И НЕРАЗРУШАЮЩИХ МЕТОДОВ ЛОКАЛЬНОГО КОНТРОЛЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НАНОРАЗМЕРНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ОБЛАСТЕЙ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ**
 А.М. Тагаченков, Е.В. Зенова, Е.М. Еганова, А.А. Дудин
 Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва
-
- C18 СОЗДАНИЕ ПЛОТНОУПАКОВАННЫХ, ПЕРИОДИЧЕСКИХ НАНОСТРУКТУР С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОЙ ЛИТОГРАФИИ**
Д.Е. Уткин, Д.А. Насимов, А.В. Латышев
 Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
-
- ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ РАЗНЫХ ТИПОВ СОВРЕМЕННЫМИ МЕТОДАМИ ИЗМЕРЕНИЙ**
-
- C19 СТРУКТУРНЫЕ НЕОДНОРОДНОСТИ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНКА Co₅₀Pd₅₀ И Fe₈₆Mn₁₃C С КВАНТОВЫМИ ТОЧКАМИ**
 Р.Б. Абылкалыкова¹, М.С. Рахимова¹, В.В. Казанцева²
¹Восточно-Казахстанский технический университет им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан
²Сибирский федеральный университет, г. Красноярск
-
- C20 КОЛЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РЕЗИНОВОГО ПОРОШКА, ПОЛУЧАЕМОГО МЕТОДОМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СДВИГОВОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ.**
 О.Е. Бочарова
 Учреждение Российской академии наук Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, г. Москва
-
- C21 РАССЕЯНИЕ МЕДЛЕННЫХ ИОНОВ (LEIS): НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ В ИССЛЕДОВАНИИ КАТАЛИЗАТОРОВ**
 И.С. Бредихин
 Technoinfo Ltd, г. Москва
-
- C22 НАНОСИСТЕМЫ Ag/NORG С УЗКИМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРУ**
Д.В. Демидов, И.П. Просвирин, А.М. Сорокин, В.И. Бухтияров
 Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
-
- C23 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОПОР В УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ, ПОЛУЧЕННЫХ НА ОСНОВЕ ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛА, МЕТОДАМИ АДсорбЦИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**
В.А. Дроздов^{1,2}, Ю.Г. Кряжев^{1,2}, М.В. Захарова², Т.И. Гуляева², М.В. Тренихин², В.А. Лихолобов^{1,2}
¹ОНЦ СО РАН,
²ИППУ СО РАН
-
- C24 ИСКРОВОЙ ПРОБОЙ ТОНКИХ ПЛЕНОК g-As₂Se₃**
 Е.М. Еганова¹, Э.Н. Воронков²
¹Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва
²Московский энергетический институт (Технический университет), Москва
-
- C25 УЛУЧШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МНОГОСЛОЙНЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК ПУТЁМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПРОГРЕВА**
К.В. Елумеева¹, В.Л. Кузнецов¹, А.В. Ищенко¹, А. Магрэз², Л. Форро²
¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
-
- C26 ОЦЕНКА СТЕПЕНИ АГРЕГИРОВАНИЯ ЧАСТИЦ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ВОДНЫХ СУСПЕНЗИЯХ МЕТОДОМ ФОТОННО-КОРРЕЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**
Ефимов А.А.¹, Лизунова А.А.², Иванов В.В.²
¹Московский физико-технический институт, г. Долгопрудный
²Метрологический центр РОСНАНО, г. Москва
-
- C27 ПРИМЕНЕНИЕ ГЖХ АНАЛИЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ АКТИВНОСТИ КАТАЛИЗАТОРОВ В СЕЛЕКТИВНОМ ПРЕВРАЩЕНИИ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ**
Ю.А. Зайцева, М.Н. Симонов, Ю.С. Демидова, И.Л. Симакова
 Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
-

-
- C28** ТЕСТИРОВАНИЕ ОКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ В РЕАКЦИИ КЕТОНИЗАЦИИ ВАЛЕРИАНОВОЙ КИСЛОТЫ
 М.Н. Симонов, Ю.А. Зайцева, А.А. Шутилов, Г.А. Зенковец, И.Л. Симакова
 Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
-
- C29** ПОЛУЧЕНИЕ И МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ, СОСТАВА И РАЗМЕРА СОВМЕСТНЫХ НАНООКСИДОВ МЕДИ И ЦЕРИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ
А.А. Извекова, Л.М. Плясова, В.И. Зайковский, Г.Г. Волкова
 Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск
-
- C30** ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С УГЛОВЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ТЕКСТУРЫ ПЛЕНОК ОРИЕНТИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ
М.А. Каныгин, А.Г. Куреня, А.В. Гусельников, А.В. Окотруб
 Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск
-
- C31** СТАНДАРТИЗАЦИЯ И МЕТРОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ ТИТАНА, ПОЛУЧАЕМЫХ СВС-ГИДРИРОВАНИЕМ-ДЕГИДРИРОВАНИЕМ
 В.К. Прокудина¹, В.И. Ратников¹, А.Г. Черков², А.К. Абкарян³, Л.И. Квеглис⁴
¹ ИСМАН, г. Черноголовка, Московская область
² ИФП СО РАН, г. Новосибирск
³ СФУ, г. Красноярск
⁴ ВКГТУ, г. Усть-Каменогорск
-
- C32** АТОМАРНЫЕ СТУПЕНИ НА Si(111) и ZnWO₄(010) КАК ЭТАЛОНЫ НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА
А.С. Кожухов^{1,2}, Е.Н. Галашов³, В.И. Зуев^{1,2}, Д.В. Щеглов¹, А.В. Латышев¹
¹ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск
² Новосибирский государственный университет
³ Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск
-
- C33** МИКРОМОРФОЛОГИЯ И ОПТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПЛЕНОК МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ХРОМА
А.С. Кожухов^{1,2}, В.В. Атучин¹, В.Н. Кручинин¹, И.С. Солдатенков¹, И.Б. Троицкая¹
¹ Институт физики полупроводников СО РАН, г. Новосибирск
² Новосибирский государственный университет
-
- C34** ИССЛЕДОВАНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ ШПИНЕЛИ МЕТОДАМИ НЕРАЗРУШАЮЩЕЙ АБЛЯЦИИ И РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ
А.С. Козлов¹, А.К. Петров¹, Е.Г. Авакумов², Н.В. Булина², Г.Н. Кулипанов³
¹ Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск
² Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск
³ Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск
-
- C35** ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ПЛЕНОК ИЗ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ
Е.Ф. Кривошапкина¹, Б.Н. Дудкин¹, П.В. Кривошапкин¹, А.П. Петраков²
¹ Институт химии Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар
² Сыктывкарский государственный университет
-
- C36** МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК НАНО- α -Al₂O₃
А.Л. Мызь¹, Г.Р. Карагедов¹
¹ Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск
-
- C37** СПЕЦИФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ФЕРРИМАГНИТНЫХ ОКСИДОВ И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ
 Е.П. Найден
 Отдел структурной макрокинетики ТНЦ СО РАН, Томский госуниверситет, Томск
-
- C38** ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА ДЛЯ ОПТИМИЗАЦИИ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСУЛЬФИДА ХРОМА-МЕДИ, ДОПИРОВАННОГО ВАНАДИЕМ
 Н. Н. Перегудова
 Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск
-
- C39** ЭКСПРЕСС-МЕТОД КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ И ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОПОРОШКА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ
М.П. Полиновская, Е.А. Шмыткова, С.К. Сигалаев
 ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Москва
-
- C40** НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ТЕПЛООВОГО РАСШИРЕНИЯ НАНОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ
 Т.А. Компан, Н. Ф. Пухов
 Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», Санкт-Петербург
-
- C41** НАНОПИРАМИДАЛЬНЫЕ СТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ Si(111) ДЛЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ
Д.И. Роголо, Л.И. Федина, С.С. Косолюбов, А.В. Латышев
 Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск
 Новосибирский государственный университет
-
- C42** ИДЕНТИФИКАЦИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК, СФОРМИРОВАННЫХ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ НА ПОВЕРХНОСТИ СЛОЯ ЗОЛОТА НА СТЕКЛЕ
О.Н. Сидельникова¹, А.Н. Саланов², А.Н. Серкова²
¹ Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск
² Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск
-
- C43** КОНЦЕНТРИЧЕСКИЕ МОНОАТОМНЫЕ СТУПЕНИ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ (111)
С.В. Ситников, С.С. Косолюбов, А.В. Латышев
 Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
 Новосибирский государственный университет
-

C44 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
ФОСФОЛИПИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ И МЕТОДЫ ИХ
ИЗМЕРЕНИЯ

О.С. Стрекалова, О.М. Ипатова, Н.В. Медведева,
В.Н. Прозоровский

Учреждение Российской академии медицинских наук
Научно-исследовательский институт биомедицинской
химии имени В.Н. Ореховича РАМН, г. Москва

C45 СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА
Т-900 ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРОННЫМИ
ПУЧКАМИ С ВЫСОКОЙ ПЛОТНОСТЬЮ ЭНЕРГИИ

М.В. Тренихин¹, Ю.Г. Кряжев², Н.Н. Коваль³, А. Терехов³,
В.А. Дроздов², В.А. Лихолобов²

¹ИППУ СО РАН, 644040, г. Омск

²ОНЦ СО РАН, г. Омск

³ИСЭ СО РАН, г. Томск

C46 НАНОПОРИСТЫЕ МИКРОСФЕРЫ ОКСИДА ТИТАНА:
СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ

И.Б. Троицкая, Т.А. Гаврилова, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
СО РАН, Новосибирск

C47 ТЕРМИЧЕСКИЕ ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ НАНОКРИСТАЛЛОВ
h-WO₃ И h-MoO₃

И.Б. Троицкая

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
СО РАН, Новосибирск

C48 ОПТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК La₂O₃,
СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО
МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин, В.А. Кочубей, В.Н. Кручинин,
Л.Д. Покровский

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
СО РАН, Новосибирск

C49 ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОКРИСТАЛЛОВ
β-GeO₂, ОСАЖДЕННЫХ ИЗ ВОДНОГО РАСТВОРА

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
СО РАН, Новосибирск

C50 СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОСТЕРЖНЕЙ
h-MoO₃

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
СО РАН, Новосибирск

C51 СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

КРИСТАЛЛОВ Me₂Ti₂O₇ (Me – La, Pr, Nd)

Троицкая И.Б., Атучин В.В.

Институт физики полупроводников

им. А.В. Ржанова СО РАН

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13

E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

C52 ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ КОМПОЗИТОВ НА
ОСНОВЕ ПТФЭ ПРИ ДОБАВЛЕНИИ ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ

П.Н. Петрова¹, А.Л. Федоров²

¹ Институт проблем нефти и газа СО РАН, Якутск

² ФГАОУ ВПО Северо-Восточный федеральный
университет им. М.К. Аммосова

C53 ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ
КАРБОНИТРИДА КРЕМНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ
ЛАЗЕРНО-ПЛАЗМЕННОГО СИНТЕЗА

М.Н. Хомяков^{1,2}, Г.Н. Грачев¹, В.Н. Демин³, М.И. Зимин²,
А.Л. Смирнов¹

¹ИЛФ СО РАН, Новосибирск

²НГУ, Новосибирск, ул. Пирогова, 2, 630090

³ИНХ СО РАН, Новосибирск

ТЕЗИСЫ ЛЕКЦИЙ
И ДОКЛАДОВ



К1 РЕЗУЛЬТАТЫ РЕАЛИЗАЦИИ ФЦП «РАЗВИТИЕ ИНФРАСТРУКТУРЫ НАНОИНДУСТРИИ В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ НА 2008-2010 ГОДЫ» ПО РАЗВИТИЮ МЕТОДИЧЕСКОЙ И НОРМАТИВНОЙ БАЗЫ МЕТРОЛОГИИ

Крутиков В.Н., Лахов В.М.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

Для успешного развития нанотехнологий, nanoиндустрии и рынка высоких технологий в целом одним из важнейших направлений является их метрологическое и нормативно-методическое обеспечение. В таком обеспечении нуждаются как сам технологический процесс создания nanoобъектов, так и создаваемые nanoустройства и nanoматериалы с новыми физическими, химическими и биологическими свойствами.

В соответствии с утвержденной концепцией метрологическое и нормативно-методическое обеспечение является частью методической составляющей ФЦП «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в РФ на 2008 – 2010 годы» (далее ФЦП) и включает в себя комплекс проектов, направленных на:

- обеспечение единства измерений;
- развитие стандартизации;
- создание системы оценки безопасности использования nanoматериалов и продукции nanoиндустрии;
- создание системы оценки соответствия продукции nanoиндустрии;
- создание и развитие инфраструктуры Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия продукции nanoиндустрии.

В соответствии с этими направлениями работали 5 секций Рабочей группы №3. За период 2008 – 2010 гг. было выполнено 66 проектов (32 проекта – государственный заказчик Росстандарт и 34 проекта – государственный заказчик Минобрнауки РФ). Выполненные проекты, направленные на создание метрологических комплексов и нормативно-методической базы для обеспечения единства измерений включали создание методов измерений:

- геометрических параметров nanoматериалов и продукции nanoиндустрии, параметры рельефа и шероховатости поверхности, параметры углеродных nanoматериалов, нанопорошков, локальные 3d параметры nanoобъектов, нанотомографию и топологии nanoструктур, скрытых под поверхностью, позиционирование объектов в nanoинженерии и nanoэлектронике;
- химического состава и структуры конструкционных, функциональных, композиционных, nanoматериалов, а также nanoматериалов для атомной энергетики, авиационной и космической промышленности и др.;
- характеристик и свойств nanoматериалов и продукции nanoиндустрии, включая их механические, магнитные, электрические, оптические, термохимические и другие свойства.

Проведенные в рамках ФЦП работы по стандартизации в nanoиндустрии включали:

- анализ передового отечественного и зарубежного опыта стандартизации в nanoиндустрии;
- разработку проекта стандарта «Нанотехнологии. Термины и определения»;

- разработку комплекса методик выполнения измерений, калибровки, поверки средств измерений в сфере nanoиндустрии.

- анализ работ по стандартизации в организациях национальной нанотехнологической сети и разработка рекомендаций по их координации.

В настоящее время в России разработаны и введены в действие 19 национальных стандартов в сфере nanoиндустрии.

На основании инициативных предложений организаций национальной нанотехнологической сети в 2008 г. была предложена единая концепция работ по выполнению задач ФЦП, включающая формирование методической базы, разработку методик и средств контроля новых видов nanoчастиц и nanoматериалов, их мониторинга на производстве и в потребительской продукции. В 2008 г. было начато выполнение 14 государственных контрактов в рамках ФЦП, посвященных различным вопросам биобезопасности использования nanoматериалов и продукции nanoиндустрии (государственный заказчик – Министерство образования и науки РФ). На сегодняшний день в рамках деятельности ФЦП по этому направлению получены следующие основные результаты:

- Разработаны процедуры интегральной оценки рисков, обусловленных действием nanoчастиц и nanoматериалов (внедрены Российской корпорацией нанотехнологий как обязательный элемент экспертизы проектов)
 - Сформирован банк стандартных образцов биогенных и техногенных nanoчастиц.
 - Разработан комплекс методик обнаружения и идентификации техногенных nanoчастиц в клетках, органах и тканях живых организмов.
 - Установлены биохимические и физиологические параметры, изменение которых свидетельствует о действии nanoчастиц на живые организмы
 - Создана система методик определения влияния nanoматериалов на живые организмы.
 - Разработаны аналитические методы для детекции и характеристики биологического действия типичных nanoчастиц разных классов (фуллерены, Ag, TiO₂).
 - Разработаны методы контроля нанотехнологической продукции (пищевая промышленность, биологически активные добавки, парфюмерия и косметика, бытовая химия).
 - Сформированы две отраслевые эталонные лаборатории для контроля nanoматериалов в промышленной продукции.
 - Подготовлены и утверждены Роспотребнадзором 19 нормативных документов по токсиколого-гигиенической оценке nanoматериалов и нанотехнологической продукции.
- Принципиальными критериями эффективности проводимых работ в этом направлении являются успешное взаимодействие исполнителей проектов с производителями нанотехнологической продукции – проведение испытаний разработок на предприятиях nanoиндустрии, внедрение алгоритма оценки степени опасности nanoматериалов в практику работы Российской корпорации нанотехнологий, а также утверждение разработанных в рамках ФЦП нормативных документов как официальных методических указаний и методических рекомендаций, регламентирующих работу с нанотехнологической продукцией.

Выполнен ряд проектов по разработке и обеспечению эффективного функционирования Российской системы оценки и подтверждения соответствия параметров и свойств нанотехнологий и продукции наноиндустрии требованиям технических регламентов и других нормативных документов, гармонизированных с международными аналогами;

В рамках реализации методической составляющей ФЦП сформирована инфраструктура Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии, включающая головное отделение, семь региональных и девять отраслевых отделений.

Региональные отделения Центра сформированы на базе подведомственных Росстандарту метрологических институтов и региональных центров метрологии в семи федеральных округах Российской Федерации - Центральном, Северо-Западном, Приволжском, Уральском, Сибирском, Дальневосточном и Южном.

Отделения призваны обеспечивать измерительные и нормативно-методические потребности в сфере нанотехнологий ВУЗов, научно-исследовательских институтов, организаций РАН, промышленных предприятий, организаций и инновационных центров различной формы собственности.

Отраслевые отделения Центра, в основном сформированы на базе головных организаций отраслей в соответствии с ФЦП и охватывают основные тематические направления развития нанотехнологий и продукции наноиндустрии:

- наноэлектроника (ФГУП НИИФП имени Ф.В.Лукина, г. Зеленоград);
- наноинженерия (ГОУ ВПО МИЭТ, г. Зеленоград);
- функциональные наноматериалы и высокочистые вещества (Томский Государственный университет, г. Томск);
- функциональные наноматериалы для космической техники (ФГУП "Центр имени М.В.Келдыша", г. Москва);
- нанобиотехнологии (ФГУ РНЦ "Курчатовский институт", г. Москва);
- конструкционные наноматериалы (ФГУП "ЦНИИ КМ "Прометей", г. Санкт-Петербург);
- композитные наноматериалы (ФГУП "ВНИИ авиационных материалов", г. Москва);
- функциональные наноматериалы для энергетики (ОАО ВНИИНМ им.А.А.Бочвара, г. Москва);
- нанотехнологии для систем безопасности и экспортного контроля (ФГУП «ЦНИИХМ», г. Москва).

Отраслевые отделения призваны обеспечивать метрологическую и нормативно-методическую поддержку организациям и предприятиям национальной нанотехнологической сети России соответствующих отраслей промышленности.

ФГУ РНЦ «Курчатовский институт» проводит научное сопровождение и обеспечивает координацию работ отраслевых отделений Центра. Координация деятельности региональных и отраслевых отделений осуществляется Росстандартом через головную организацию, в состав которой входят РНЦ «Курчатовский институт», ФГУП «ВНИИОФИ» и ФГУП «ВНИИМС».

Таким образом, в период с 2008г. по 2010г. финансировались и проводились работы по формированию инфраструктуры Центра и его отделений, оснащению их измерительной аппаратурой, стандартными образцами и методиками измерений, комплектованию подготовленными кадрами метрологов и испытателей, а также формированию области аккредитации отделений Центра на право проверки, калибровки средств измерений и оценке соответствия продукции наноиндустрии. В 2011 году предстоит выполнить

ряд проектов направленных на существенное расширение этой области аккредитации Центра и его отделений для обеспечения измерительных потребностей предприятий и организаций национальной нанотехнологической сети при выпуске продукции наноиндустрии.

K2 ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ РАБОТ ПО РАЗВИТИЮ МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ МЕТРОЛОГИИ НАНОИНДУСТРИИ РФ В 2011 Г.

Золотаревский Ю.М., Андрюшечкин С.Е., Булыгин Ф.В., Гусев А.С.

Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений ФГУП «ВНИИОФИ», Москва

В рамках реализации Концепции развития методической составляющей ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в РФ на 2008 – 2010 годы», силами ведущих организаций Российской Академии Наук, ведущих ВУЗов и специализированных предприятий, а также метрологическими институтами Росстандарта сформирован и успешно выполнен ряд проектов.

В 2011 году в соответствии с утвержденной Концепцией ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в РФ на 2008 – 2011 годы» в рамках структуры методической составляющей будет реализован комплекс из 58 проектов по следующим направлениям:

1. Обеспечение единства измерений в наноиндустрии

• Метрологическое обеспечение нанотехнологий в области энергосбережения

- Создание комплекса аттестованных методик и эталонных излучателей для обеспечения единства измерений фотометрических и цветовых характеристик энергосберегающей светотехники на основе светодиодов на наногетероструктурах

- Создание набора эталонных солнечных элементов и аттестованных методик измерений для метрологического обеспечения производства солнечных батарей нового поколения на основе наноразмерных гетероструктур

- Создание комплекса аттестованных методик, стандартных образцов и мер для метрологического обеспечения оптических характеристик наноразмерных энергосберегающих покрытий на стеклах, устройств на основе тонкопленочных фильтров и многослойных наноструктур для электроники

• Метрологическое обеспечение нанотехнологий в области медицины

- Создание нормативно-методической базы и стандартных образцов для обеспечения единства измерений массовой доли и размеров наночастиц в различных средах и биологической матрице на основе ядерно-физической и оптической спектроскопии

- Создание метрологического комплекса для аттестации существующих и вновь разрабатываемых экспресс - тестов на основе квантовых точек и иммунохроматографических тест-систем

- Разработка методик измерений химического состава и стандартных образцов эндоэдрических металлофуллеренов для медицинских применений в ЯМР-томографии

- Создание комплекса аттестованных методик и стандартных образцов для обеспечения единства измерений параметров наночастиц, используемых для адресной

доставки лекарств, диагностики, фотодинамической и спектральной терапии

- Создание комплекса аттестованных методик и стандартных образцов для обеспечения единства измерений спектральных и временных характеристик нанобиоструктур с пространственным разрешением в нанодиапазоне

- **Метрологическое обеспечение нанотехнологий в области информационно-телекоммуникационных систем**

- Создание методов и средств обеспечения единства измерений оптических характеристик наноструктурных фотонно-кристаллических световодов для перспективных высокоскоростных информационно-телекоммуникационных систем

- Создание методов и средств обеспечения единства измерений нелинейных оптических восприимчивостей наноструктурированных материалов с временным разрешением в приложениях информационно-телекоммуникационных технологий и лазерной физики

- **Метрологическое обеспечение параметров и свойств наноматериалов**

- Создание метрологических комплексов, эталонных мер, комплектов стандартных образцов и аттестованных методик измерений геометрических параметров нанообъектов и наноматериалов, химического состава и фазовой структуры наноматериалов, а также функциональных характеристик и свойств наноматериалов и продукции на их основе.

2. Стандартизация

Разработка проектов нормативных документов, устанавливающих методологию классификации нанообъектов.

3. Разработка методического и нормативного обеспечения безопасности нанотехнологий, наноматериалов и продукции на их основе

Выполнение работ этого направления по семи проектам, начатым в 2008 г. будет завершено в 2011 г. Основные задачи этих проектов:

- Формирование и анализ массива данных по локализации и биологическому действию приоритетных наночастиц (фуллерены, Ag, TiO₂).
- Определение и обоснование ключевых биохимических и физиологических параметров, отражающих токсическое действие наноматериалов на живые организмы.
- Характеристика эффективности разработанных методов для контроля наночастиц в отечественной и импортируемой нанотехнологической продукции пищевой промышленности, косметической промышленности, продукции бытовой химии.

Принципиальными результатами новых проектов должны стать:

- Характеристика новых видов наночастиц, в том числе рекомендуемых для медицинского использования (нанотрубки, кремниевые наночастицы, нанолипосомы).
- Разработка процедур оценки интегрального действия наночастиц (влияние на иммунную систему, на генетические изменения, протеомные профили).
- Разработка методов характеристики влияния наночастиц на действие распространенных токсикантов – тяжелых металлов, пестицидов, микотоксинов.

- Разработка комплекса методов для оценки циркуляции и накопления наночастиц в экосистемах, характеристики степени загрязнения окружающей среды, поражения сельскохозяйственной продукции, промышленных водных организмов.

- Подготовка и представление на утверждение 13 новых нормативных документов по регулированию безопасности в процессе освоения, производства и обращения наноматериалов.

Выполнение этих работ позволит в основном завершить создание нормативной базы для обеспечения безопасности использования наноматериалов и продукции наноиндустрии в Российской Федерации.

4. Создание системы оценки соответствия продукции наноиндустрии

В рамках этого направления предусмотрена реализация двух проектов:

- по созданию системы оценки соответствия инновационной продукции (на примере продукции наноиндустрии) (сертификация продукции наноиндустрии);
- по созданию системы сертификации систем менеджмента (качества, экологии и охраны труда) инновационной продукции (на примере продукции наноиндустрии).

Эти проекты завершат методическое обеспечение проблем оценки соответствия продукции наноиндустрии и обеспечение ее качества.

5. Развитие инфраструктуры Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия продукции наноиндустрии.

В настоящее время сформирована инфраструктура Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии, включающая головное отделение, а также сеть региональных и отраслевых отделений.

В 2011 году предлагается существенно расширить область аккредитации отделений Центра за счет оснащения их новыми методиками, стандартными образцами и средствами измерений параметров структуры и свойств (электрических, механических, и др. свойств нанообъектов) в соответствии с потребностями организаций наноиндустрии регионов и предприятий отраслей наноиндустрии. Все это будет создавать предпосылки для обеспечения дальнейшего функционирования отделений Центра в режиме самокупаемости за счет удовлетворения потребностей наноиндустрии в метрологических услугах.

Таким образом, в связи с продлением ФЦП на 2011 год и выделением дополнительного финансирования, существенным этапом в достижении целей ФЦП могут стать работы 2011 года.

Выполнение новых проектов, которые в максимальной степени используют накопленный исполнителями опыт и имеющийся научно-технический задел позволит получить планируемые результаты, несмотря на ограниченный срок проведения работ. Эти проекты направлены на решение наиболее актуальных вопросов по созданию методов и средств метрологического и нормативно-методического обеспечения измерительных потребностей предприятий и организаций национальной нанотехнологической сети при выпуске продукции наноиндустрии.

К3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СОВРЕМЕННЫХ СКАНИРУЮЩИХ ЗОНДОВЫХ МИКРОСКОПОВ

Быков В.А.
НТ-МДТ, Зеленоград

К4 ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ РОССИЙСКИХ И МЕЖДУНАРОДНЫХ ОРГАНОВ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ В НАНОИНДУСТРИИ

Титов Е.А.
ФГУП ВНИИНМАШ
etitov@gost.ru

Как правило, конкретная деятельность национальных и международных органов по стандартизации осуществляется через, специально созданные, технические комитеты по стандартизации (ТК). Каждый ТК отвечает за стандартизацию в конкретной области деятельности. Количество и тематика ТК варьируется в зависимости от потребности практики. В настоящее время в России действует более 400 ТК. Каждый национальный ТК имеет, как правило, международный аналог или аналоги. В Международной организации по стандартизации (ИСО) и Международной электротехнической комиссии (МЭК) созданы и активно работают ИСО ТК 229 «Нанотехнологии» и МЭК ТК 113 «Стандартизация нанотехнологий в области электротехнических и электронных изделий и систем».

Приказом Ростехрегулирования от 9 ноября 2009 г. создан технический комитет по стандартизации «Нанотехнологии» (ТК 441) как аналог указанных международных ТК. ТК создан на базе ГК «Роснотех», ведение секретариата поручено ВНИИНМАШ.

Структура ТК включает в себя 4 подкомитета и рабочую группу:

ПК 1 «Терминология и классификация» - на базе Корпорации;

ПК 2 «Измерение и определение параметров» - на базе ОАО «НИЦПВ»;

ПК 3 «Безопасность нанотехнологий и нанопродукции» - на базе Институт биохимии им. А.Н.Баха;

ПК 4 «Характеристики наноматериалов» - на базе ОАО «Гиредмет»;

РГ 1 «Координация деятельности профильных ТК в наноиндустрии» - на базе ВНИИНМАШ.

Цель создания РГ 1 - активизация работ по стандартизации, координация профильных технических комитетов, организация их взаимодействия. Аналогичным образом осуществляется координация работ по стандартизации на международном уровне в ТК ИСО 229. Росстандартом было рекомендовано сохранить эту группу в составе ТК и использовать опыт ее работы в координирующей деятельности профильными техническими комитетами, которые занимаются вопросами стандартизации закрепленной за ними нанопродукции. Членами ТК являются более 40 организаций, включая головные организации по направлениям развития нанотехнологий.

На международном уровне ТК 441 также должен решить ряд сложных задач. Упомянутым приказом Росстандарта на ТК возложены функции постоянно действующего национального рабочего органа ТК ИСО 229 и ТК МЭК 113. Россия является полноправным членом этих технических комитетов. Это означает, что нам предстоит принимать активное участие в процессах разработки Международных

стандартов (МС), определять позицию Российской стороны и вести переписку, голосовать по разрабатываемым в рамках этих ТК проектам МС, участвовать в рабочих и пленарных заседаниях. По самой общей процедуре, проект международного стандарта проходит 5 стадий разработки. Конкретную работу по проектам стандартов осуществляют официально зарегистрированные в ИСО/МЭК эксперты. К сожалению, часть вакансий российских экспертов на сегодняшний день остаются свободными. Естественной причиной является отсутствие финансирования участия в работах международных ТК отечественных специалистов. На современном этапе актуальным является не только активно участвовать в работе над текущими проектами в ТК ИСО/МЭК, но и генерировать собственные национальные темы и конкретные проекты в качестве будущих международных стандартов.

В части создания нормативной базы для отечественной наноиндустрии работы проводятся путем реализации заданий Программы стандартизации в наноиндустрии в 2010-2014 гг.. Разработка проектов стандартов Программы осуществляется через ежегодные программы разработки национальных стандартов. Программа одобрена Правительственной комиссией по высоким технологиям и инновациям и насчитывает 322 темы по всем основным направлениям развития отечественных нанотехнологий, предусмотренных ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации в 2009-2010 годы».

В 2011 г. В процессе разработки будут находиться не менее 150 проектов (1/2 Программы). В разработке участвует не только ТК 441, но и другие профильные ТК.

К5 РАЗВИТИЕ РАБОТ В ОБЛАСТИ НАНОТЕХНОЛОГИЙ И ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В СИБИРСКОМ ФЕДЕРАЛЬНОМ ОКРУГЕ

В.Ф. Матвейчук, Г.В. Шувалов, И.В. Клековкин
ФГУП СНИИМ, Новосибирск, пр. Димитрова,4
shuvalov@sniim.nsk.ru

Развитие нанотехнологий открывает большие возможности для разработки новых материалов, конструкции и различного рода устройств. В частности, к наиболее перспективным разработкам нанопродукции можно отнести следующие: наноструктурированные пленки и покрытия с уникальными характеристиками, нанопорошки металлов для различных применений и др.

В настоящее время трудно количественно оценить выгоды от внедрения нанотехнологий в народнохозяйственный комплекс, однако можно с уверенностью сказать, что это внедрение позволит интенсифицировать развитие многих перспективных направлений и повысить конкурентоспособность производимой продукции.

Успешное освоение нанотехнологий невозможно без подготовленной инфраструктурной и методической базы, а именно: стандартизации, метрологического обеспечения и оценке соответствия продукции наноиндустрии.

Это связано с тем, что особенностью нанотехнологий является их межотраслевой характер, что приводит к определенной разобщенности работ в этой области, затрудняющей успешный обмен технической информацией и практическое внедрение результатов исследований. Поэтому возникает задача стандартизации нанотехнологий, без развития которой выход производимой нанопродукции на рынок будет закрыт.

Другой важной составляющей, обеспечивающей реализацию нанотехнологий, является метрологическое обеспечение. Специфика нанотехнологий привела к появлению нового направления – нанометрологии, с которой связаны теоретические и практические аспекты метрологического обеспечения единства измерений на наноразмерном уровне. Выделение нанометрологии в отдельный раздел метрологии обусловлено тем, что переход к наноуровню ставит ряд новых специфических измерительных задач, обусловленных малыми размерами элементов и структур, с которыми имеет дело нанотехнология.

Особый аспект нанотехнологий – решение задач обеспечения здоровья и безопасности операторов технологических процессов и лиц, взаимодействующих с продукцией нанотехнологий на всех этапах ее производства, испытаний, исследований и применений, а также экологической безопасности окружающей среды. Это должно находить выражение в подтверждении соответствия параметров и свойств объектов, материалов и структур, технологических процессов, а также инструментальной и измерительной базы требованиям технических регламентов, стандартов и иных нормативных документов.

С учетом мировых тенденций в области наноиндустрии и, основываясь на современном уровне развития отечественных нанотехнологий и перспективах их развития, в России была создана сеть региональных и отраслевых центров метрологического обеспечения нанотехнологий и оценке соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии.

Так, на базе Сибирского государственного научно-исследовательского института метрологии (ФГУП «СНИИМ») и ряда учреждений СО РАН и Росстандарта создан Центр метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии в Сибирском федеральном округе. ФГУП «СНИИМ» является головным предприятием, через организационные структуры которого Центр осуществляет свою деятельность.

Основной целью Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии является обеспечения единства измерений (включая информационно-техническое) на предприятиях нанотехнологической сети в регионе.

В соответствии с этим основными задачами Центра являются: мониторинг состояния метрологического обеспечения в Сибирском федеральном округе; создание эталонов, эталонных мер и тест – объектов, средств измерений и измерительно-технологические комплексов в области нанотехнологий; разработка и аттестации стандартных образцов веществ и наноматериалов; разработка и аттестация методик измерений; испытания средств измерений в области нанотехнологий.

В 2009-2010 гг. осуществлялось функционирование Центр метрологического обеспечения в направлении создания и аттестация методик измерения и стандартных образцов термохимических параметров нанопорошков металлов и методик рентгеноструктурного анализа и биобезопасности наноматериалов. Кроме того, проводился мониторинг измерительных потребностей предприятий нанотехнологической сети Томского региона.

Д1 ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ГНЦ ФГУП "ЦЕНТР КЕЛДЫША" ПО НАПРАВЛЕНИЮ "ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ

Савушкина С.В., Ризаханов Р.Н., Полянский М.Н., Малиновская О.С, Полиновская М.П, Шмыткова Е.А., Соколова Н.А., Цветкова Е.В.

ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Москва, Онежская ,8
nanocentre@kerc.msk.ru

ГНЦ ФГУП "Центр Келдыша" является ведущей в России организацией в области ракетного двигателестроения и космической энергетики, а также определен головным предприятием РОСКОСМОСА по нанотехнологиям. В 2008 году на базе отдела нанотехнологий была создана исследовательская лаборатория – Центр коллективного пользования, помещения которого соответствуют 7 классу чистоты (ГОСТ ИСО 14644-1-2002 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1: Классификация чистоты воздуха»). Центр оснащен современными средствами и методами измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне, анализа структуры, состава и оптических параметров. В 2010 году лаборатория получила аккредитацию на проведение калибровочных работ: калибровка растровых электронных микроскопов с применением линейной нанометровой меры с шаговой структурой. Центр ведет сотрудничество с ведущими институтами и КБ отрасли, такими как «Композит», КБХА, НПО «Энергомаш», НПО им. С.А. Лавочкина и др.

В настоящее время на базе отдела нанотехнологий ведутся работы по диагностике паяных соединений, качества сварки; работы по нанесению, испытанию и исследованию термобарьерных покрытий, композиционных материалов; определению состава интерметаллидов, образцов твердотоплевных элементов; определению размеров и геометрических параметров нанопорошков, слоев тонкопленочных структур для солнечной энергетики, и т.д. Остановимся более подробно на нескольких направлениях:

– *Определение термобарьерных свойств покрытий с помощью термоциклических испытаний*

Для определения термобарьерных свойств разрабатываемых теплозащитных покрытий и выбора оптимальной технологии их нанесения в Центре используется специально созданная методика проведения тепловых испытаний при тепловых потоках и температурах, которые реализуются в огневых трактах современных ракетных двигателей. Методика позволяет исследовать механическую стойкость покрытий при термоциклических испытаниях и определять теплопроводность теплозащитных слоев в рабочих условиях эксплуатации. Для проведения испытаний используется трехфазный плазмотрон переменного тока мегаваттного класса. Измерения распределений тепловых потоков производятся на неохлаждаемых мишенях с использованием термопар, а также тепловизионной техники.

– *Комплексный подход к проблемам нанесения покрытий*

Включает в себя исследования критических толщин покрытий с учетом напряженно-деформированного состояния, внедрение методов неразрушающего контроля на предмет отслоения и образования микротрещин до и после тепловых испытаний. Методика включает в себя анализ общей морфологии поверхности покрытия; форм и характерных размеров частиц покрытия; наличия микропор и

микротрещин; размеров кристаллитов покрытия, а также определение шероховатости покрытий. Анализ характерных форм частиц покрытий, а также распределения и размеров микротрещин позволяют определять причины разрушения покрытий и оптимизировать технологии нанесения.

– *Методика определения причин несвариваемости металлургических лент*

Металлургические ленты ЛО-22 и ЭИ 645 используются для изготовления сильфонов топливных баков. При нарушении технологического процесса получения лент на их поверхностях возникает окисленный слой, препятствующий сварке изделий. Совместно с НПО им. С.А. Лавочкина была разработана методика определения причин несвариваемости металлургических лент, основанная на сравнении результатов профилирования по глубине эталонного образца с хорошими показателями свариваемости и образца с поверхностно-измененным слоем, являющимся причиной несвариваемости ленты.

– *Экспресс-метод контроля технологического процесса получения и характеристики нанопорошка оксида алюминия*

В настоящее время ведется разработка экспресс-метода контроля технологического процесса получения и характеристики нанопорошка оксида алюминия, которая позволит значительно ускорить процесс определения размеров наночастиц по сравнению с существующими методами (микроскопия, рентгеновское рассеяние), что дает возможность оперативного контроля технологического процесса. В качестве составляющих экспресс-метода измерений были выбраны лазерная дифракция (статическое рассеяние света) и фотонно-корреляционная спектроскопия (динамическое рассеяние света).

К6 ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ОТРАСЛЕВОГО ОТДЕЛЕНИЯ «ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ И ВЫСОКОЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА» И ЕГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ЦЕНТРА – ТОМСКОГО РЕГИОНАЛЬНОГО ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ (ИЦ ТРЦКП)

О.В. Бабкина, Г.Е. Дунаевский, И.В. Ивонин
Томский государственный университет
ms@mail.tsu.ru, ckp@mail.tsu.ru

Томский государственный университет - один из ведущих научно-образовательных центров России, который осуществляет исследования в рамках приоритетных направлений развития науки, технологий и техники Российской Федерации. На протяжении многих лет в ТГУ успешно ведутся работы по созданию новых материалов и технологий, а также изделий на их основе. В университете с 1950 годов функционирует метрологическая служба, сопровождающая научно-исследовательские разработки.

В 2008 году в рамках федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры нанотехнологий в Российской Федерации на 2008-2011годы» на базе Томского государственного университета было создано Отраслевое отделение по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции нанотехнологий РФ (далее по тексту Отраслевое отделение Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества»).

Основными функциями Отраслевого отделения Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» являются:

– анализ перспективных направлений развития нанотехнологий и производства функциональных наноматериалов и высокочистых веществ;

– изучение возникающих измерительных потребностей предприятий отрасли, сопоставление их с имеющимися измерительно-аналитическими возможностями Испытательного Центра Отраслевого отделения Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества»;

– формирование программ измерительно-аналитического и методического оснащения Испытательного Центра Отраслевого отделения Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» с целью обеспечения измерительных потребностей предприятий отрасли;

– содействие в разработке и внедрении современных методов и средств измерений;

– содействие в разработке стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (по закрепленным областям измерений);

– разработка и аттестация методик (методов) измерений;

– метрологическая экспертиза технической и нормативной документации;

– участие в международных сличительных испытаниях с целью получения/подтверждения международного признания измерительных возможностей.

Отраслевое отделение Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» обеспечивает метрологическую поддержку химических, металлургических, фармацевтических промышленных предприятий и других организаций, разрабатывающих новую продукцию, в том числе с использованием нанотехнологий; проводит испытания продукции нанотехнологий и исследования ее биобезопасности; осуществляет подготовку специалистов высокого уровня по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества».

Услуги, оказываемые Отраслевым отделением Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», соответствуют национальным и международным стандартам ИСО ГОСТ 9001-2008, ИСО ГОСТ 14001-2007, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, ГОСТ Р ИСО 5725(6)-2002. Стоимость услуг определяется в соответствии с действующим прайс-листом (www.ckp.tsu.ru).

В качестве испытательного центра Отраслевого отделения Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» аккредитован **Томский региональный центр коллективного пользования (далее по тексту ИЦ ТРЦКП)**.

ИЦ ТРЦКП оснащен средствами измерений, испытаний и контроля, а также расходными материалами для корректного



проведения испытаний и измерений. В распоряжении ИЦ ТРЦКП находится более 160 единиц современного аналитического и технологического оборудования, а также стандартные образцы, меры, химические реактивы, вещества и др. Численность штатных сотрудников ИЦ ТРЦКП составляет более 60 человек, 45 из которых имеют степень доктора или кандидата наук.

Испытательный центр Томский региональный центр коллективного пользования аккредитован в трех системах сертификации:

– в системе **обязательной сертификации ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025** по основным направлениям: определение



геометрических характеристик наноразмерных объектов, определение физико-химических характеристик наноматериалов и продукции на их основе;

– в системе **аккредитации аналитических лабораторий (СААЛ)**. Подтверждена техническая компетентность ИЦ ТРЦКП в проведении количественного химического анализа, измерений и испытаний, качественного анализа и идентификации объектов, заявленных в области аккредитации.

– в системе **добровольной сертификации «НАНОСЕРТИФИКА»** ОАО «РОСНАНО».

Аккредитация ИЦ ТРЦКП подтверждает качество исследований материалов, проводимых на оборудовании центра, и расширяет возможности по оказанию услуг.

ИЦ ТРЦКП принимает активное участие в программах межлабораторных сравнительных, организованных крупными зарубежными и российскими организациями, например: Ing. IvaBogumska – SPL (Чехия), ЗАО «Институт стандартных образцов» (г. Екатеринбург), ООО «Метрологический центр РОСНАНО» (г. Москва).

В своей работе Отраслевое отделение Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» использует международные и национальные стандарты, методики измерений и другие нормативные документы. Большинство из применяемых методик (методов) измерений разработаны



специалистами ТГУ и не имеют аналогов. Аттестацию методик количественного химического анализа ТГУ проводит совместно с ФГУП «УНИИМ».

ИЦ ТРЦКП располагает постоянно обновляемой базой стандартных образцов, которые используются для контроля точности измерений состава и свойств природных объектов органического и неорганического происхождения, сплавов металлов, наноматериалов, химических веществ и так далее. В том числе Томский государственный университет имеет опыт работы по разработке и утверждению типа стандартных образцов.

Отдельное место в ИЦ ТРЦКП занимает **Центр «Биотест-Нано»**, который ведет исследования в области биобезопасности нанотехнологий и продукции наноиндустрии. В частности, Центр занимается разработкой методологии биотестирования и созданием средств обнаружения наночастиц в окружающей среде. Квалификация Центра «Биотест-Нано» признана территориальными органами Роспотребнадзора и Минприроды РФ. В ТГУ разработаны и аттестованы совместно с ФГУП «СНИИМ» новые методики анализа токсичности наноматериалов.

Одна из основных функций Отраслевого отделения Центра по направлению «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» – содействие в разработке и внедрении современных методов и средств измерений. Для ее осуществления Отраслевым отделением Центра с использованием современного оборудования ИЦ ТРЦКП реализуется ряд крупных проектов, в том числе:

«Энергоэффективная металлургия»

Благодаря развитию нанотехнологий и снижению себестоимости высокодисперсных материалов удалось создать группу конкурентоспособных продуктов – модификаторов черного и цветного литья, отличием которых от ранее используемых является применение высокодисперсных компонентов: оксиды металлов, углеродных материалов (нанотрубки, кластерные наноалмазы, фуллерены) и компактирующих компонентов. Наноструктурные модификаторы позволяют снизить литейные виды брака до 3 раз, получить 3 - 6 кратное повышение абразивной износостойкости чугунных отливок, повысить энергоэффективность металлургических производств.

«Наноструктурные катализаторы синтеза глиоксала»

Импортозамещающие технологии производства катализатора парциального окисления гликолей и производства глиоксала. В 2009 году запущено первое в России опытное производство глиоксала с использованием наноструктурированных катализаторов. В 2010 начали реализацию комплексного проекта «Разработка технологии и организация опытно-промышленного производства кристаллического глиоксала для создания перспективных высокоэнергетических композиционных материалов стратегического направления» в рамках Постановления Правительства РФ № 218. В рамках данного проекта проводится получение чистого кристаллического 80%-ного глиоксала (с содержанием примесей не более 1%) для фармацевтической и оборонной промышленности.



«Технологии нанесения неорганических неметаллических наноструктурированных покрытий»

Проект направлен на разработку новых технологий формирования функциональных пористых наноструктурных неметаллических неорганических покрытий под действием высокоэнергетических потоков, локализованных в нанослоях на границе раздела фаз. Покрытия предназначены для использования в машиностроении, энергетике и нефтегазовой отрасли. На основе разработанных технологий создается опытно-промышленное производство автоматизированных промышленных линий для нанесения наноструктурных покрытий. Проект реализуется с привлечением средств Госкорпорации «РоснаноТех».

«Газовые сенсоры: производство пожароизвещателей и газоаналитического оборудования на основе нанокристаллических тонких пленок металлооксидных полупроводников»

Чувствительный материал полупроводниковых газовых сенсоров основан на нанокристаллических оксидах металлов, которые модифицированы кластерами благородных металлов или оксидов металлов для обеспечения специфичности наноматериалов. Направленный синтез наноматериалов с заданной структурой, реакционной способностью и электрофизическими свойствами. В едином технологическом процессе последовательно наносится слой изолятора, платиновые контакты, платиновый нагреватель, чувствительный слой и фильтр, т.е. полностью создается микроэлектронный сенсорный чип. На основе данной технологии разработаны сенсорные газовые извещатели.

К7 ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА КОМПОЗИТНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ И ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В АВИАЦИОННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

А.Н. Луценко

ФГУП «ВИАМ»

viamlab2@mail.ru

Государственное регулирование развития nanoиндустрии в Российской Федерации играет важную роль для разработчиков и исследователей, прежде всего в области наноматериалов и нанотехнологий, в том числе композитных наноматериалов, поскольку Россия переходит от сырьевой модели развития экономики к инновационному пути развития. При этом качественно меняется роль государства, которое призвано обеспечить ресурсами и инфраструктурой экономическое развитие страны в области nanoиндустрии, а также своими ресурсами и заказами создать научно-технический и инвестиционный задел для инновационного развития российской экономики в средне- и долгосрочной перспективе.

Для развития нанотехнологий в области композитных наноматериалов необходимо эффективное использование масштабного природного, научно-технического и производственно-организационного потенциалов России, что в свою очередь оказывает влияние на развитие экономики страны и повышение качества жизни ее населения. Это возможно при обеспечении финансовой поддержки экономики страны на пути ее инновационного и инвестиционного обновления, а также при структурно-институциональной интеграции nanoиндустриального сектора страны со всеми секторами народного (национального) хозяйства.

Создание нового класса материалов – композитных (композиционных) наноматериалов – поставило перед ВИАМ задачи по методическому и метрологическому обеспечению

организаций ННС с целью обеспечения единства и точности измерений на наноуровне для вновь разрабатываемых и производимых материалов этого класса. В целях обеспечения единства измерений и оценки соответствия необходимо было провести комплекс работ, связанных с анализом потребностей в измерительных средствах и возможностей предприятий, разрабатывающих и выпускающих композитные наноматериалы.

В рамках этих работ создано Отраслевое отделение центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии по направлению «Композитные наноматериалы» (ООЦМОО КМН) на базе ФГУП «ВНИИОФИ» (Ростехрегулирование) и ФГУП «ВИАМ» (Минпромторг России).

ООЦМОО КМН аккредитован на оценку соответствия композиционных наноматериалов (Испытательный центр ФГУП «ВИАМ») и на право проведения работ по поверке средств измерения и аттестации методик выполнения измерений (Метрологическая служба ФГУП «ВНИИОФИ»).

Проведена апробация опытного функционирования элемента инфраструктуры ООЦМОО КМН для предприятий отрасли с поставкой комплектов стандартных образцов и проведением испытаний композиционных наноматериалов.

В организационной структуре ООЦМОО КМН функционирует Центр коллективного пользования для проведения исследований и испытаний наноструктурированных сплавов и композиционных наноматериалов (ЦКП КМ), созданный совместным приказом между ФГУП «ВИАМ» и ФГУП «ВНИИОФИ».

В настоящее время ВИАМ обладает необходимым комплексом оборудования, методиками и базой экспериментальных данных для выбора критериев качества, разработки и выпуска нормативной документации контроля качества наночастиц и технологических процессов изготовления наноструктурированных материалов.

В институте разработаны основные критерии качества композитных наноматериалов (нанотрубки, фуллерены, препреги на их основе).

Первоочередное место занимают разработки по технологиям введения наночастиц в состав и структуру материалов и композитов:

- обработка волокон – нанесение на поверхность армирующих волокон композита из раствора фуллерена или суспензий наночастиц;

- введение в состав связующего в жидковязкой фазе наночастиц и диспергирования их в объеме;

- введение астраленов в состав связующего в твердой фазе путем смешения на специальном оборудовании.

Основными направлениями работ в этой области технологий является получение устойчивых растворов и суспензий наночастиц, прививка функциональных групп к наночастицам различного состава и природы, их дезинтеграция и распределение в объеме материалов.

Определенные успехи достигнуты при введении в состав материалов углеродных наночастиц, таких как фуллерены, нанотрубки, астралены в количестве 0,5–3%. В случае углепластиков это приводит к комплексному повышению механических и эксплуатационных свойств. Одновременно материал приобретает специальные свойства, такие как электро- и теплопроводность, рентгено- и звукопрозрачность, молниестойкость.

Использование золь-гель технологий с образованием наноструктурных фаз в составе керамических материалов и антиокислительных защитных покрытий для углерод-углеродных и углерод-керамических композиционных материалов на рабочие температуры до 2000°C – еще одно эффективное направление нанотехнологий, развиваемых во

ФГУП «ВИАМ». К настоящему времени разработаны технологии получения термостойких (до 1650°C) керамокомпозитов без использования тонковолокнистых бескерновых волокон SiC, производства которых в РФ нет. Упрочнение керамической матрицы происходит в результате роста нитевидных кристаллов наноразмерного диаметра по механизму «пар-жидкость-твердое тело» внутри матрицы с образованием каркасной структуры. Благодаря этому материал приобретает исключительную термостойкость (> 5000 циклов без разрушения при испытании по режиму – 1 мин: 20±1650°C) и в 1,5–2 раза большую прочность, чем обычные керамические материалы. Результаты этой работы были удостоены Премии Президента в области науки и инноваций за 2010 год.

Для защиты от поражения молниевым разрядом конструкций из углепластика, выходящих на внешнюю поверхность планера (составляющих более 80%), во ФГУП «ВИАМ» разработано молниестойкое покрытие, представляющее собой углепластик, содержащий в своем составе 2–3% астраленов и фуллеренов. Благодаря повышению электро-, теплопроводности в 2–5 раз, повышению температуры термического разрушения и высоким конструкционным свойствам это покрытие обеспечивает безопасную повреждаемость углепластиковых конструкций при воздействии токов молнии и снижение массы покрытий по сравнению с традиционно используемыми молниезащитными покрытиями (МЗП) на основе бронзовых сеток на 300–700 г/м² защищаемой поверхности.

Еще одно направление исследований в ВИАМ – использование наночастиц с привитыми функциональными группами, что позволяет им вступать в химическое взаимодействие с основным полимером и изменять его структуру и свойства. Термопластичные материалы, содержащие в своем составе наносиликаты в количестве до 3%, обладают пожаробезопасностью, размерной стабильностью, низкой проницаемостью и предназначены для приборов и агрегатов авионики (корпуса измерительной аппаратуры, гироскопов, электросистем (штепсельные разъемы и т. п.)) взамен сплавов. Их применение обеспечивает снижение массы и трудоемкости в 5–8 раз.

Композиты, наполненные наносиликатами, снижают пожароопасность, повышают температуру эксплуатации на 15–60°C; увеличивают предел прочности и модуль при изгибе на 40–70%; увеличивают прочность при растяжении на 10–15%; снижают водопоглощение и ТКЛР в 1,5–2 раза.

Применение полимерных пленок, наполненных наносиликатами, обеспечивает увеличение сроков хранения пищевых и технических продуктов.

Важнейшими задачами в области нанотехнологий и композитных наноматериалов, стоящими перед ВИАМ, являются:

- организация промышленного производства и разработка нормативно-технической документации для серийного получения углеродных и неорганических (карбидных, оксидных и др.) наночастиц, а также нанотрубок, нановолокон и т. п.;

- организация промышленного производства препрегов и угленанокомпозитов для молниезащитных и градиентных материалов;

- разработка новых составов и структур авиационно-космических нанокомпозитов и наноматериалов различного назначения, технологий их получения, обеспечивающих достижение существенно более высокого уровня свойств и качества;

- разработка методов и средств эффективного и доступного контроля за качеством наночастиц и наноматериалов.

Д2 МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИЗУЧЕНИЯ НАНОГЕОБЪЕКТОВ

Т.З. Лыгина, Н.И. Наумкина, О.М. Ильичёва
ФГУП «ЦНИИгеолнеруд», г. Казань, ул. Зинина, 4
atsic@geolnerud.net

Научно-техническое развитие общества, появление новых отраслей производства предъявляют повышенные требования к потребляемой ими продукции и, соответственно, к исходному сырью. К нанообъектам в полной мере относятся многие виды природных соединений – это и коллоиды, гидратные формы, и углеродсодержащие структуры, и тонкодисперсные металлы и минералы, многие из которых считались ранее аморфными и не имеющими трехмерной упорядоченности веществами. При исследовании геообъектов следует учитывать размерные особенности, поскольку уменьшение линейных размеров ведет закономерным образом к росту удельной поверхности, увеличению концентрации краевых дефектов и искажению структуры.

В связи с этим аналитик должен руководствоваться не только общими требованиями, а выбрать оптимальный метод, а, скорее всего, несколько физико-химических методов и применять специфические методические приемы для изучения нанообъектов. У каждого метода есть свои возможности и ограничения, обусловленные их физической основой, способом получения, обработки и интерпретации результатов. Ограничения связаны не только с принципиальными, но и техническими возможностями. Факторы, влияющие на параметры аналитического сигнала, можно условно подразделить на следующие: а) связанные с отбором и подготовкой материала пробы к исследованию; б) обусловлены аппаратно-техническими параметрами; в) матричные (определяются общим фазовым составом) и кристаллохимические (несоответствие теоретической кристаллохимической формулы и реальной, наличие дефектов кристаллической структуры и т.д.).

Вариабельность состава, локализация примесей, искажения кристаллической решетки существенным образом влияют на качество готовой продукции, что требует проведение глубоких аналитико-технологических исследований. Важно обеспечить объективную оценку используемых минеральных ресурсов неметаллов в соответствии с действующими ГОСТами и техническими условиями, а также раскрыть многогранные потребительские свойства неметаллических полезных ископаемых для создания на их основе новых материалов и веществ, использование которых выходит за рамки традиционных областей их применения. Важность таких работ подтверждается тем обстоятельством, что выявление новых потребительских свойств минерала в ряде случаев равноценно открытию нового месторождения. Решение поставленных задач требует дальнейшего развития и применения всего комплекса аналитических, минералогических и технологических методов исследований и необходимых технических средств.

Многоуровневая аналитико-технологическая оценка качества сырья включает в себя такие элементы как системность, оптимизацию, унификацию и стандартизацию аналитико-технологических исследований. Все вышеназванные элементы лежат в основе определения необходимого набора традиционных и новых современных аналитико-технологических методов и его применения при изучении конкретного вида сырья. Минеральные ассоциации, образование твердых растворов, полиморфизм, наличие вредных микропримесей, помимо породообразующих макрокомпонентов, требуют сочетать

отличающиеся по своей сути физико-химические методы, не ограничиваясь каким-то одним. Кроме того, распад твердых растворов, наноразмерная форма выделения, фазовые переходы, перекристаллизация, а также синтез новых соединений и материалов (катализаторы, полимерные композиты, органокомплексы и др.), затрудняют интерпретацию результатов, не позволяя привлекать существующие диагностические атласы и базы данных. Решением может быть взаимодополняемость аналитических методов изучения и оценки качества сырья, развитие математического и теоретического аппарата методов, создание стандартов предприятия, собственных баз данных и т.п. Следовательно, одним из аспектов комплексного изучения геологических нанообъектов является адаптация существующей и/или разработка новой нормативно-методической базы, так как создание эффективных материалов возможно только с одновременным совершенствованием отечественных стандартов и их гармонизацией с зарубежными.

Развитие наукоемких технологий, появление прецизионного оборудования, позволившего покинуть рамки макромира, и углубится в ранее недоступный наноразмерный мир, интеграция в единое информационное пространство и необходимость сопоставления аналитических результатов предъявляют новые требования не только к квалификации аналитика, но и в целом ко всей лабораторной службе.

ДЗ СОЗДАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА И НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ, ФИЗИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ, ПОЛИМЕРНЫХ И КЕРАМИЧЕСКИХ КОНСТРУКЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

М.С. Первухина, А.М. Немец, С.Н. Петров, Б.В. Фармаковский, П.А. Кузнецов
ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»,
Санкт-Петербург, ул. Шпалерная 49
victorm@crism.ru, maria-28@yandex.ru

Существующие в стране аппаратно-методические комплексы, предназначенные для аттестации традиционных микроструктурных конструкционных и функциональных материалов, нуждаются в адаптации для развития инфраструктуры наноиндустрии. В связи с этим необходима метрологическая аттестация методов физико-химического анализа, включая масс-спектрометрические, рентгеноспектральные, дифракционные, и др. методы, лежащие в основе характеристики наноматериалов.

В соответствии с ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008 – 2010 годы» по мероприятию «Развитие методической составляющей инфраструктуры наноиндустрии» на базе ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» создан отраслевой элемент инфраструктуры Центра метрологического обеспечения по направлению «конструкционные наноматериалы» - аккредитованная испытательная лаборатория ИЛ ЭИЦ «Прометей-Нанотест», (аттестат аккредитации № РОСС RU.0001.22НН03 от 29 ноября 2009 года), включающая более 20 единиц уникального оборудования, позволяющего проводить практически все виды испытаний

конструкционных и функциональных наноструктурированных материалов.

Область аккредитации испытательной лаборатории включает обеспечение единства измерений состава и структуры, физических и механических свойств металлических, полимерных и керамических конструкционных наноматериалов.

В 2008-2010 годах разработано и введено в Федеральный реестр 15 методик выполнения измерений, в том числе:

- Идентификации локального фазового состава с помощью анализатора картин дифракции обратно отраженных электронов с локальностью до 20 нм;

- Рентгенофлуоресцентного анализа состава и контроля толщины наноструктурированных покрытий; Рентгенофлуоресцентного анализа содержания металлов в наномодифицированных антифрикционных полимерных металлосодержащих композитах;

- Определения магнитных свойств (коэрцитивной силы - H_c , магнитной проницаемости- μ , индукции насыщения - B_s) ферромагнитных и азотсодержащих аустенитных наноструктурированных конструкционных сталей, функциональных наноматериалов на основе магнитомягких сплавов;

- Определения доли, размера (в диапазоне 5-5000 нм) и углов разориентировки нанофрагментов, в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации, с помощью анализатора картин дифракции обратно отраженных электронов и метода одиночных рефлексов;

- Определения локального элементного состава структурных составляющих методом спектроскопии потерь энергии электронов с локальностью до 10 нм;

- Определения удельной поверхности в диапазоне 0,5-100 м²/г нанопористых материалов системы Ni-Al и Al-Al₂O₃ методом газовой сорбции;

- Определения объемной доли аморфной, квазиаморфной и кластерных структурных составляющих в пробах наноструктурированного материала различной природы по данным рассеяния рентгеновских лучей.

Высокая концентрация в институте современного и уникального технологического, высокоточного диагностического оборудования в комплексе с созданной метрологической базой уже сейчас позволяет создавать новые функциональные наноструктурированные материалы, применяемые в водородной и альтернативной энергетике, в создании коррозионно- и износостойких покрытий для конструкций, работающих в экстремальных условиях, для систем очистки питьевой воды и технологических сред, для защиты биологических объектов от воздействия магнитных, электромагнитных, акустических полей, вибраций.

В докладе представлены аппаратные и методические возможности аккредитованной испытательной лаборатории.

K8 КОНЦЕПТУАЛЬНЫЕ ОСНОВЫ МЕТРОЛОГИИ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ

П.А. Тодуа

Государственный научный метрологический центр
«Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума»
119421, г. Москва, ул. Новаторов, 40, корп.1,
fgupnicpv@mail.ru.
Национальный исследовательский университет
«Московский физико-технический институт»
141700, МО, г. Долгопрудный,
Институтский пер., 9.

На всех этапах производства продукции нанотехнологий от создания материалов и структур до конечного продукта требуется приборно-аналитическое сопровождение технологических процессов путем непрерывного осуществления измерений ключевых контрольных характеристик как промежуточных продуктов, так и конечной продукции в соответствии с методами характеристики метрологически обеспеченными средствами измерений.

Методы и средства метрологического обеспечения призваны обеспечить прослеживаемость результата каждого конкретного измерения к эталону соответствующей физической величины. В нанометрии - это, в первую очередь, эталоны, меры, стандартные образцы состава, структуры, свойств и размера, обеспечивающие распространение нанометровой шкалы. Во-вторых, это метрологические стандарты, как калибровочные так и измерительные. В случае нанотехнологий, в которых именно малый размер является определяющим фактором, при котором начинают проявляться новые физические свойства, особое внимание уделяется вопросам передачи размера единицы длины в нанометровый диапазон таким средством измерений геометрических параметров нанообъектов и наноструктур, как атомно-силовые микроскопы, растровые и просвечивающие электронные микроскопы, рентгеновские дифрактометры и т.д.

Ведущие страны – участники развития нанотехнологий, уделяющие особое внимание приборно-аналитической составляющей nanoиндустрии, считают основной задачей нанометрологии реализацию наношкалы в нано – и субнанометровом диапазоне.

K9 МЕТОДЫ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ

А.Л. Васильев

НИЦ «Курчатовский институт». Москва,
пл. ак. Курчатова, 1.
Учреждение Российской академии наук Институт
Кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН. Москва,
Ленинский пр., 59
a.vasiliev56@gmail.com

Применение сверхпроводящих материалов и устройств в науке и технике стремительно растет. В соответствии с задачами сверхпроводящие устройства можно разделить на две категории: высокоточные - электромагниты, применяемые магниторезонансных томографах, ускорителях элементарных частиц, установках термоядерного синтеза; электродвигатели, а также линии электропередач. Кроме этого, активно разрабатываются накопители энергии, токоограничители и другие технические устройства для

больших энергетических систем. Другая категория слаботочные приборы, использующие эффект Джозефсона. Это потенциальные элементы сверхпроводящей микроэлектроники и SQUID-магнетометры (SQUID - superconducting quantum interference device). Во всех сверхпроводящих устройствах используются материалы, микроструктура которых во многом определяет возможности их применения. В производстве сверхпроводящих проводов в первую очередь используются сплавы ниобия с титаном и оловом – низкотемпературные сверхпроводники (НТСП). И, хотя провода из этих материалов производятся в ряде стран серийно, остается возможность улучшения характеристик, при оптимизации их микроструктуры. Использование высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) позволяет использовать более мощные и дешевые охлаждающие устройства, что обуславливает гигантский прогресс по сравнению с традиционными сверхпроводниками на основе металлов и их сплавов. В качестве сверхпроводящего слоя используется ВТСП-керамика на основе Y–Ba–Cu–O или другие, близкие по кристаллической структуре керамики. В приборах на основе эффекта Джозефсона используются как НТСП, так и ВТСП. Наиболее высокая степень интеграции получена в контактах Nb с прослойкой Al₂O₃, хотя при температурах менее 1 K проще использовать контакты Al/Al-O/Al. От толщины изолирующего слоя окиси алюминия зависит плотность критического тока в Джозефсоновском контакте, поэтому определение микроструктуры важно для определения параметров контакта. Как правило, все сверхпроводящие материалы, используемые в реальных устройствах, представляют собой поликристаллы с размером отдельных зерен до 100 нм и, для определения микроструктуры, используются рентгено-дифракционные методы исследования, электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ. Эти методы особенно важны при исследовании структуры межзеренных границ и границ раздела между отдельными слоями в НТСП и ВТСП, включая исследования сверхпроводников второго поколения, в процессе формирования которых на металлическую ленту наносят несколько изолирующих слоев, например MgO, CeO₂, BaZrO₃, затем сверхпроводящий слой, а сверху защитный - Ag или Cu. При формировании таких систем возможна взаимная диффузия и образование промежуточных слоев, которые могут быть охарактеризованы комплексным применением рентгеновского энергодисперсионного микроанализа, анализа потерь энергии электронов, микро- и нанодифракционными методами и электронной микроскопии высокого разрешения. При исследовании фазового состава и взаимной ориентации зерен в «традиционных» НТСП кроме вышеперечисленных методов широко применяется метод дифракции электронов на отражение, или EBSD (electron backscattering diffraction). Применение техники фокусированных ионных пучков (ФИП) вместе с растровой электронной микроскопией (РЭМ) позволяет решать сразу несколько задач:

1. Получать трехмерные изображения отдельных элементов сверхпроводящих устройств.

2. Исследовать микроструктуру материала (благодаря эффекту каналирования, изображения поликристаллов с использованием ионного пучка имеют более высокий контраст, чем в РЭМ).

3. Приготовить образец для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) из любого материала в выбранном месте.

Так, применение ФИП позволяет изготовить для ПЭМ образец Джозефсоновского контакта как из НТСП, так и из ВТСП и определить морфологию и структуру собственно

контактов и промежуточного слоя. Применение различных методов позволяет определить состав и структуру включений в сверхпроводник. Некоторые включения могут быть центрами пиннинга, поэтому важно не только провести их фазовый анализ, но и исследовать их пространственное распределение.

В заключении необходимо отметить и особое место современных рентгеновских, электронно- и ионно-зондовых методов анализа при исследовании новых сверхпроводящих материалов, таких как MgB_2 и углеродных материалов, ВТСП.

K10 ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ И РАСТРОВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, МЕТОДЫ, АППАРАТУРНЫЕ СРЕДСТВА: НАНОДИАГНОСТИКА И НАНОМЕТРОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ

В.Г. Пушин

Институт физики металлов УрО РАН,
620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевская, д. 18
pushin@imp.uran.ru

К числу наиболее важных научных и технологических инновационных направлений в области физики и химии конденсированного состояния, материаловедения, обработки металлов давлением и ряда других наук, развиваемых в научно-исследовательских и образовательных учреждениях Российской Федерации, относятся работы по созданию, всестороннему исследованию и применению новых перспективных наноматериалов и нанотехнологий.

Наиболее информативными при определении характеристик структуры как кристаллических, так и аморфных наноматериалов являются дифракционные методы, использующие электроны и рентгеновские лучи, так как длина их волны варьирует от единиц до тысячных долей нанометров. Электронная микроскопия и дифракция электронов характеризуется максимальной силой взаимодействия с веществом, поэтому объекты изучения всегда являются наноматериалами: тонкие пленки, фольги, поверхностные слои, субмикро- и нанокристаллы, многофазные наносистемы и присущие им дефекты структуры. В данной лекции анализируются основные методические подходы для нанодиагностики и нанометрологии объемных, тонкомерных или порошковых наноматериалов, их структурных и фазовых состояний. Приведены имеющиеся классификации аморфных, наноструктурных, нанокристаллических и нанофазных материалов. Описываются основные аппаратные средства и методы современных дифракционно-зондовых структурных исследований наноматериалов и, в том числе, интегральных методов: дифракции рентгеновских лучей и электронов, локальных методов: растровой и просвечивающей электронной микроскопии и элементного анализа. Рассматриваются общие закономерности и специфические особенности качественной и количественной структурной и фазовой нанодиагностики и нанометрологии, их ограничения, основные измеряемые пространственные кристалло-геометрические, структурно-морфологические и физико-химические параметры материалов, типичные погрешности и способы представления. Дан обзор истории развития и основных типов современных электронных просвечивающих и растровых аналитических микроскопов, приведены их основные физико-технические характеристики, описаны технологические процессы и функциональные возможности, включающие различные приставки по

элементному анализу, структурным и текстурным исследованиям, *in situ* экспериментам по изучению структурных и фазовых превращений при нагреве, охлаждении и деформации. Обсуждаются вопросы обеспечения единства измерений, методик выполнения измерений, калибровки, поверки средств измерений, стандартных образцов. Широко представлены примеры электронно-микроскопических исследований разных материалов, в том числе сталей и сплавов. Особое внимание обращается на проблемы пробоподготовки наноматериалов для структурных исследований различными методами. Представлены диагностические возможности, структура и типичные примеры из многолетнего опыта работы ЦКП УрО РАН на базе ИФМ УрО РАН, иллюстрируется приборный парк центра, описаны тактика и стратегия его развития и взаимного сотрудничества между заинтересованными специализированными структурными подразделениями, организациями и предприятиями.

D4 ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СТУПЕНЧАТЫХ ТЕСТ-ОБЪЕКТОВ ДЛЯ КАЛИБРОВКИ ПРИБОРОВ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Д.В. Щеглов, А.В. Латышев

Лаборатория нанодиагностики и нанолитографии,
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, 630090,
Россия
Новосибирский государственный университет,
Физический факультет, Новосибирск, 630900, Россия

Необходимость проведения комплексной диагностики низкоразмерных систем создала предпосылки для развития методов структурного анализа, которые позволяют наиболее полно характеризовать атомарную и химическую структуру новых материалов. В частности, в последние годы сделан существенный прогресс в области сканирующей зондовой микроскопии, возможности которой по трехмерному измерению линейных размеров нанорельефа поверхности внесли существенный вклад в физику конденсированных сред.

Метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) основан на измерении сил взаимодействия между твердотельной заостренной иглой и поверхностью исследуемого объекта [1]. Использование атомно-силовой микроскопии при измерении геометрических характеристик или создания нанообъектов требует обеспечения единства измерений таких нанообъектов с особой точностью [2]. Проблема обеспечения единства измерений в нанотехнологиях может решаться посредством создания калибровочных мер нанометрового диапазона в виде специально подготовленных образцов с заданным периодическим геометрическим рельефом [3]. Уменьшение характерных размеров калибровочной меры до единиц или долей нанометров усложняет создание периодического рельефа с достаточной точностью и воспроизводимостью, особенно в направлении *z*-координаты.

Принимая во внимание практическую сложность создания мер для калибровки *z*-координаты в виде периодического рельефа нанометрового размера с достаточной точностью, представляется интересным применение в качестве такой меры межплоскостного расстояния в атомной решетке кристалла. На поверхности кристалла одному межплоскостному расстоянию соответствует высота моноатомной ступени. По этой причине, моноатомная ступень на поверхности кристалла может

рассматриваться как кандидат меры субнанометрового диапазона для калибровки z-координаты атомно-силового микроскопа.

Ранее нами была представлена разработка высокоточного тест-объекта для измерения линейных размеров в субнанометровом диапазоне для обеспечения единства измерений в нанотехнологиях [4-7], на основе эффекта эшелонирования моноатомных ступеней [8]. Предельно высокая точность изготовления таких тест-объектов обеспечена за счет привязки значений их параметров к термодинамически равновесным (при заданных температурах и давлении) параметрам кристаллической решетки совершенного кристалла, таким как высота моноатомных ступеней на атомно-гладкой поверхности, сертифицированных как нанометровый элемент («квант») рельефа поверхности.

В работах [6-7] были показаны основные возможности использования таких тест-объектов при калибровке атомно-силовых микроскопов. При анализе данных атомно-силовой микроскопии о периодическом рельефе поверхности было обнаружено некоторое отклонение характеристик поверхности от ожидаемых, которое не могло быть объяснено особенностью математической обработки данных АСМ. Данная работа посвящена изучению особенностей калибровки атомно-силовых микроскопов по ступенчатым тест-объектам. В частности, показаны некоторые аспекты и ограничения применения стандартных математических операций над массивом данных АСМ. Представлен новый алгоритм выравнивания поверхности, основанный на прямом вычитании образа нелинейности сканера атомно-силового микроскопа при применении ультра-гладких поверхностей большой площади (до 0,1 мм²). Впервые напрямую визуализирован образ нелинейности радиального сканера атомно-силового микроскопа.

1. Binnig G., Quate C.F. and Gerber Ch. Atomic force microscope // *Phys. Rev. Lett.* 56 1986 V. 9 P. 930.
2. Dmitry Sheglov, Sergey Kosolobov, Ekaterina Rodyakina and Alexander Latyshev, Application of atomic force microscopy in epitaxial nanotechnology // *Microscopy and analysis*, September 2005 P. 9.
3. Тодуа П.А. Метрология в нанотехнологии // *Рос. нанотехнологии* 2007. Т.2 №1-2 С.61.
4. Д.В. Щеглов, Косолобов С.С., Родякина Е.Е., Латышев А.В., Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного стандарта для профилометрии и сканирующей зондовой микроскопии, Заявка RU2008125966/28, 2008.
5. Д.А. Насимов, Д.В. Щеглов, А.В. Латышев, Атомные ступени на поверхности кремния как тест-объект высоты в атомно-силовой микроскопии, *Вестник НГУ. Серия: Физика*, 2009, Т.4, В.1, стр.100.
6. L.I. Fedina, D.V. Sheglov, S.S. Kosolobov, A.K. Gutakovskii and A.V. Latyshev Precise surface measurements at the nanoscale *Meas. Sci. Technol.* (2010), 21, 054004, pp.1-
7. Л. И. Федина, Д. В. Щеглов, А. К. Гутаковский, С. С. Косолобов, А. В. Латышев Прецизионные измерения параметров наноструктур *Автоматрия* 2010 т.46, №4, с.5-18.
8. A.V. Latyshev, A.L. Aseev, A.B. Krasilnikov, S.I. Stenin, Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation, *Surface Sci.* 213 (1) (1989) 157-169.

K11 КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ В СОВРЕМЕННОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

А.Л. Чувилин

CIC nanoGUNE Consolider, Donostia-San Sebastian,
Av. de Tolosa 76, Spain
a.chuvilin@nanogune.eu

Во вводной части доклада будет дан краткий обзор физических свойств доступных для измерения методами электронной микроскопии. Основная часть будет посвящена методам прецизионного измерения напряжений кристаллов.

Электронная микроскопия (ЭМ) – это универсальный метод изучения объектов в микро- и наноскопическом диапазоне размеров. Он нашел применение в таких областях науки и технологии как химия, биология, медицина, материаловедение, инженерия и физика. Прогресс в области полупроводниковых технологий в последние несколько десятилетий и происходящая в настоящее время революция в области наноматериалов стимулируют развитие техники и методик ЭМ, как одного из основных методов исследования структур и явлений в нанометровом диапазоне размеров.

Современные приборы сочетают пространственное разрешение на уровне 0.05 нм с возможностью локального химического анализа отдельных атомных колонок [1]. Разрешение по энергиям в специализированных приборах достигает 50мэВ при пространственном разрешении лучше нанометра [2]. Это обуславливает применение ЭМ в таких областях как плазмоника в видимом и в инфракрасном диапазонах [3]. Высокая когерентность источников электронов с полевой эмиссией явилась основой развития электронной голографии, как метода измерения электрических и магнитных полей в нанометровой шкале размеров [4]. Коррекции аберраций объектива дала возможность использовать ускоряющие напряжения ниже порога радиационных повреждений материалов и молекул. Это открыло принципиально новую область применения ЭМ – прямое наблюдение химических взаимодействий на атомном уровне [5].

Одной из основных проблем при изготовлении полупроводниковых устройств субмикронного размера являются механические напряжения, возникающие между слоями на различных стадиях технологического процесса. Внутренние напряжения структуры влияют как на стабильность и долговечность устройств, так и на их электронные свойства. В процессорах последних поколений контролируемое механическое напряжение активного канала транзисторов используется как средство повышения подвижности носителей заряда и, как следствие, - рабочей частоты устройства. Необходимость контроля искажений структуры в областях размером в несколько нанометров инициировала разработку целого ряда микроскопических методов измерения тензора напряжений в нанокристаллах.

Один из самых прецизионных методов измерения параметров кристаллической решетки (а значит и ее искажений) основан на анализе положений линий высокого порядка на дифракционной картине в сходящихся пучках электронов [6]. Модификации метода восстанавливают полный трехмерный тензор напряжений колонки кристалла диаметром около 10 нанометров с точностью до $5 \cdot 10^{-5}$.

Метод анализа геометрической фазы [7] на изображениях высокого разрешения восстанавливает двумерную проекцию матрицы напряжений с разрешением порядка параметра решетки (<0.5 нм) и относительной погрешностью до 10^{-4} . Применение коррекции аберраций и расширение алгоритма на случай многих пучков [8] (работа

выполнена совместно с ИФП СО РАН) существенно увеличивают соотношение сигнал/шум и повышают чувствительность метода.

Разработанный несколько лет назад метод темнопольной голографии [9] устраняет основной недостаток существовавших методик – малое поле анализа. При разрешении в несколько десятков нанометров и точности 10^{-3} , метод позволяет картировать напряжения на областях образца протяженностью до нескольких микрон.

1. Stephen J. Pennycook, Maria Varela, Andrew R. Lupini, Mark P. Oxley, Matthew F. Chisholm, Atomic-resolution spectroscopic imaging: past, present and future, *Journal of Electron Microscopy* 58(3): 87–97 (2009)
2. Essers, E., Benner, G., Mandler, T., Meyer, S., Mittmann, D., Schnell, M. & Hoeschen, R. (2010) Energy resolution of an Omega-type monochromator and imaging properties of the MANDOLINE filter. *Ultramicroscopy* 110(8), 971-980.
3. Garcia de Abajo, F.J. & Kociak, M. (2008) Probing the Photonic Local Density of States with Electron Energy Loss Spectroscopy. *Physical Review Letters* 100(10), 106804.
4. Martha R. McCartney and David J. Smith, *Electron Holography: Phase Imaging with Nanometer Resolution*, *Annual Review of Materials Research* (2007) Vol. 37: 729-767
5. Chuvilin, A., Khlobystov, A.N., Oberfell, D., Haluska, M., Yang, S., Roth, S. & Kaiser, U. Observations of Chemical Reactions at the Atomic Scale: Dynamics of Metal-Mediated Fullerene Coalescence and Nanotube Rupture. *Angewandte Chemie International Edition* (2010) 49(1), 193.
6. Chuvilin, A., Kups, T. & Kaiser, U. The effect of the signal-to-noise ratio in CBED patterns on the accuracy of lattice parameter determination. *Journal of electron microscopy* (2004) 53(3), 237.
7. M.J. Hytch, E. Snoeck, R. Kilaas, Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs, *Ultramicroscopy* (1998) 74, 131
8. Гутаковский А.К, Чувилин А.Л., Се Ахн Сонг, Применение высокоразрешающей электронной микроскопии для визуализации и количественного анализа полей деформации в гетеросистемах, *Известия РАН, Серия Физическая* (2007) 71(10), 1464.
9. Hytch, M., Houdellier, F., Hue, F. & Snoeck, E. Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices. *Nature* (2008) 453, 1086.

K12 ТРЕХМЕРНАЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ И АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУР ЭЛЕКТРОННО- И ИОННО-ЛУЧЕВЫМИ МЕТОДАМИ: ОТ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ К ПРАКТИЧЕСКОМУ ИСПОЛЬЗОВАНИЮ

Шкловер Владимир Яковлевич

Д5 ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПИКОМЕТРОВОГО РАЗРЕШЕНИЯ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ

Е.В. Сысоев¹, И.А. Выхристюк¹, Р.В. Куликов¹, С.В. Ситников^{2,3}, А.В. Латышев^{2,3}

¹Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО РАН, г. Новосибирск, ул. Русская 41
evsmi@mail.ru

²Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск

³Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск

Интерференционные измерения нанорельефа поверхности основаны на расчете фазы рассеянного света объектом измерения, расположенном в одном из плеч интерферометра частично-когерентного света, с делением амплитуды волнового фронта (интерферометры Майкельсона, Линника или Мира). Для измерения рельефа с субнанометровым разрешением производят сканирование фазы рассеянного света, при этом для получения высокого разрешения по высоте необходимо обеспечить большое отношение сигнала к шуму в регистрируемых данных (менее 2%, [1]).

Фаза интерференции для линий равной толщины определяется разностью оптических ходов волн в обоих плечах интерферометра и, таким образом, определяется не только рельефом измеряемой поверхности, но и качеством поверхности эталонного зеркала. Для получения высокого разрешения, например, интерферометры фирмы Veeco комплектуются зеркалами с шероховатостью менее 1 нм. Показано, что метод частичного сканирования коррелограмм при использовании в опорном плече интерферометра атомно-гладкой поверхности кремния обеспечивает разрешение менее 100 пикометров по высоте измеряемого рельефа [2].

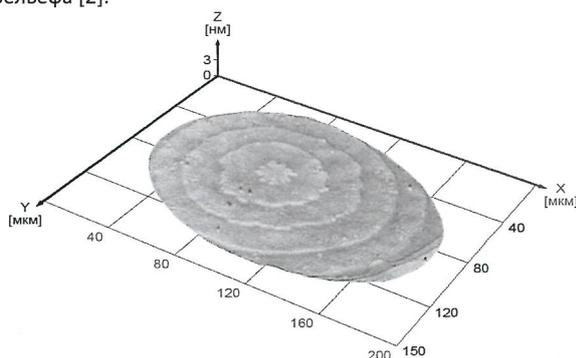


Рис. 1. 3D изображение рельефа моноатомных ступеней высотой 0.314 нм на поверхности кристалла Si, полученное с использованием источника частично когерентного света с эффективной длиной волны $\bar{\lambda} = 632$ нм и длиной когерентности $l_c = 11.6$ мкм.

1. Е.В. Сысоев, И.А. Выхристюк, Р.В. Куликов, А.К. Поташников, В.А. Разум, Л.М. Степнов Интерференционный микроскоп-профилометр // *Автометрия*. – 2010. – №2. – Т. 46. – с. 119-128
2. E. V. Sysoev, White-Light Interferometer with Partial Correlogram Scanning, // E.V. Sysoev // *Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing*. – 2007. – V. 43. – N. 1. – p. 83-89.

Д6 ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ВОЛНОВЫХ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЙ В ДИАПАЗОНЕ 1...1000 нм

С.С. Гоц, Р.З. Бахтизин, Г.И. Журавлев

Башкирский государственный университет

В практике создания эталонных мер длины в диапазоне 1...1000 нм наиболее признанными в настоящее время являются волновые методы. В частности, в первой половине 20-го века для оценки длины в атомарном масштабе широко и практически монополично использовались рентгеновские методы. Во второй половине 20-го века с появлением источников когерентного лазерного излучения стали использоваться более доступные и безопасные методы измерения малых длин. В настоящее время наиболее признанными в международной практике эталонами единицы длины в диапазоне 1...1000 нм являются меры, основанные на использовании лазерной интерферометрии. Эти меры длины жестко привязаны к длине волны излучения эталонного источника.

Несомненно, что в настоящее время можно с достаточно высокой точностью и стабильностью обеспечивать задание и оценку частоты f эталонного электромагнитного, в частности, лазерного излучения. Что же касается длины волны $\lambda = v / f$, то эта характеристика весьма сильно зависит от среды, в которой распространяется эталонное электромагнитное излучение. Попадая на тот или иной объект измерения, электромагнитная волна в какой-то мере замедляет свою скорость v . В зависимости от характера среды принято различать два вида замедляющих систем.

К первому виду относятся квазиоднородные сплошные или регулярные замедляющие системы. Коэффициент замедления n электромагнитной волны в этом случае определяется диэлектрическими и магнитными свойствами среды и равен

$$n = \bar{n} / v = \sqrt{\epsilon \cdot \mu}$$

Ко второму типу относят периодические замедляющие системы. В таких системах замедление скорости электромагнитной волны связано с ее переизлучением на периодически расположенных препятствиях, что приводит к увеличению пути, преодолеваемого электромагнитной волной. Наиболее простыми являются спиральные замедляющие системы, в которых коэффициент замедления n определяется отношением длины витка / спирали к ее шагу h , т.е. $n = c/v = l/h$.

Существует несколько точек зрения относительно механизма замедления электромагнитного излучения в периодических и квазипериодических средах. Согласно корпускулярной модели замедление скорости распространения электромагнитных волн в сплошных средах происходит в результате обхода областей локализации атомов, непроницаемых для квантов. При этом, чем больше энергия кванта, тем ближе он может пройти от ядра. Поэтому кванты с большими энергиями меньше огибают препятствия и меньше замедляются. В частности, это относится к рентгеновскому излучению, которое испытывает относительно небольшое замедление в различных средах. Оптическим фотонам с их относительно низкими энергиями приходится достаточно далеко огибать области пространства, занимаемые электронными оболочками и ядрами атомов. В связи с этим в сплошных средах оптическое излучение испытывает существенно большее замедление, чем рентгеновское.

Согласно волновой модели замедление скорости распространения света в сплошных средах обусловлено

эффектами многократного переизлучения световых волн от препятствий. При этом световая волна вынуждена распространяться не по прямой, как это принято рассматривать в геометрической оптике, а зигзагообразно, преодолевая при этом значительно более длинный путь, чем по прямой. В рамках данной теории есть основания полагать, что рентгеновские лучи также испытывают значимое для метрологии замедление в различных средах.

Для метрологии, использующей волновые методы, важно учитывать укорочение длины волны в исследуемой среде. Наиболее просто это достигается для прозрачных однородных сред для оптических излучений, у которых длина волны значительно превышает размеры регулярных неоднородностей (межатомных расстояний). Для таких сред коэффициент укорочения длины волны определяется показателем преломления среды. Однако и для таких сред существует проблема метрологической безупречности волновых методов. В частности, не разработана методика оценки замедления электромагнитных волн вблизи поверхности вещества на расстояниях, соизмеримых с длиной волны. Другой проблемой является учет ненулевой дисперсии, приводящей к изменению коэффициента замедления в зависимости от длины волны.

Достаточно сложной и пока не до конца решенной является проблема оценки величины замедления рентгеновских волн в неоднородных средах. В большинстве случаев в современной научной литературе недостаточно обоснованно полагают, что рентгеновские волны не испытывают замедления в физических средах. Все это дает основание считать, что существующие данные о межатомных расстояниях твердых тел являются лишь верхними границами, а не точными оценками истинных значений.

K13 ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ В ИССЛЕДОВАНИИ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОСТРУКТУРЫ ПОРОШКОВЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

С.В. Цыбуля¹, С.В. Черепанова², Д.А. Яценко²

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5
tsybulya@catalysis.ru

²Новосибирский государственный университет

Метод рентгеновской дифракции является одним из основных методов характеристики порошковых наноматериалов – катализаторов, адсорбентов, наноразмерных и наноструктурированных порошков различного назначения. В задачи рентгенографии входит установление фазового состава образцов, уточнение атомной структуры, определение размеров и формы областей когерентного рассеяния, т.е. размеров и формы кристаллических наноблоков, являющихся «строительными единицами» наноматериалов. В ряде случаев по дифракционным данным можно определить способы стыковки наночастиц и структуру межблочных границ в наноструктурированных материалах [1].

Простейшие способы определения размеров наночастиц (наноразмерных кристаллических областей) основаны на использовании общеизвестной формулы Шеррера [2]. Наши оценки показывают, что погрешность определения размера ОКР по этой формуле не превышает 10% для частиц в диапазоне от 3 до 30 нм. Основная проблема состоит в применимости этой формулы в общем случае, т.к. уширение дифракционных пиков может быть обусловлено также наличием в структуре наночастиц микроискажений и

дефектов упаковки. Возможные подходы к разделению размерного эффекта и влияния микродеформаций – методы Вильямсона-Холла и гармонического анализа формы профиля дифракционных пиков [2].

Учет влияния планарных дефектов на дифракционные картины может быть выполнен путем расчета дифракционных картин на основе модели одномерно разупорядоченных структур [3]. Метод позволяет определить концентрацию дефектов упаковки в плотноупакованных структурах, что особенно актуально при исследовании наночастиц металлов. С помощью этого метода можно также изучать слоистые структуры.

Универсальные подходы к моделированию дифракции от наноразмерных систем основаны на алгоритмах, позволяющих проводить расчет дифракционных картин непосредственно в каждой точке рентгенограммы, исходя из моделей, учитывающих форму и размеры наночастиц. К такого рода *ab initio* алгоритмам относятся метод Дебая и недавно реализованный нами алгоритм прямого интегрирования интенсивности по сферам отражения [4].

В докладе приводятся многочисленные примеры исследования структуры нанокристаллических материалов – металлических наночастиц, оксидов, гидроксидов, углеродных систем.

1. Цыбуля С.В., Черепанова С.В. Введение в структурный анализ нанокристаллов. Изд. НГУ. 2009.- 88 с.
2. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей.-М.: Изд. МГУ,1978.-277 с.
3. Z. Cherepanova S.V., Tsybulya S.V. Simulation of X-ray powder diffraction patterns for one-dimensionally disordered crystals //Materials Science Forum.-2004.- V.443(4).-P.87-90.
4. Яценко Д.А., Цыбуля С.В. Метод моделирования дифракционных картин для наноразмерных кристаллических систем //Вестник НГУ. Серия физ., 2008, №4. С.45-50.

K14 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТРУКТУРЫ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПО ДАННЫМ EXAFS-СПЕКТРОСКОПИИ

Д.И. Кочубей

Институт катализа им. Г.К.Борескова СО РАН
kochubey@catalysis.ru

Метод EXAFS спектроскопии, т.е. рентгеновской спектроскопии поглощения позволяет определять межатомные расстояния, координационные числа и природу соседних атомов вокруг атомов заданного химического элемента начиная с титана в области до 0.4-0.6нм. Метод является нечувствительным к наличию или отсутствию кристаллической структуры исследуемого объекта и является идеальным методом для исследования строения объектов размерами менее 10 нм, для которых стандартные дифракционные методы не дают информации или дают ограниченный ее объем.

Метод позволяет качественно определять фазовый состав таких наноматериалов для концентраций материала в матрице до 0.1масс.%. При этом производится раздельное определение строения окружения каждого химического элемента входящего в исследуемый объект.

При разработке процессов получения новых функциональных материалов метод позволяет производить контроль за процессом на каждой стадии.

В лекции приведены примеры контроля за процессами приготовления биметаллических наночастиц. Контроль за составом исходных компонентов при приготовлении сульфидных наночастиц. Показаны примеры исследования пленок толщиной от 0.1мкм и слоистых структур.

При уменьшении размеров наночастиц проявляются новые структурные эффекты как для оксидных так и металлических наноматериалов, которые также могут быть обнаружены только с использованием EXAFS спектроскопии.

K15 ПРИМЕНЕНИЕ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ

В.М. Попик

Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера

Важнейшим параметром в нанонауке и нанотехнологии является размер исследуемого или применяемого нанобъекта. Разработан новый метод измерения наночастиц различной природы. Метод основан на явлении мягкой неразрушающей абляции под действием терагерцового излучения. Явление мягкой неразрушающей абляции заключается в переводе в газовую фазу наночастиц и биомакромолекул с сохранением их первичной структуры. При этом нанобъекты не только переводятся в газовую фазу, но и под действием терагерцового излучения разрушаются комплексы наночастиц, что позволяет измерять истинный дисперсионный состав исследуемых нанобъектов. Для измерения, переведенных в газовую фазу наночастиц, использовался диффузионный спектрометр аэрозолей. Измерены размеры наночастиц различной природы: наночастицы «торкосила – SiO₂», окиси железа, золота и др.; фуллерены и фуллереноподобные комплексы; нанотрубки; ДНК и фрагменты ДНК, различные белки. Время пробоподготовки и измерения занимает меньше 10 минут.

Для проведения экспериментов использовалось терагерцовое излучение Новосибирского лазера на свободных электронах. Новосибирский лазер на свободных электронах является большой и дорогой установкой. Поэтому разработан проект компактного лазера на свободных электронах терагерцового диапазона для тиражирования метода.

Метод при соединении со стандартными методами масс-спектрологии позволяет прямое измерение масс наночастиц, а также биополимеров, недоступных современным методам масс-спектрометрии: водонерастворимых белков, ДНК и белков больших масс.

K16 СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ И НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ

Е.А. Левашов, М.И. Петржик, Н.С. Козлова, М.Я. Бычкова
 НИТУ «МИСиС», 119049, Москва,
 Ленинский пр., д. 4
 levashov@sms.misis.ru

Обеспечение единства измерений [1] механических и трибологических свойств наноматериалов, таких как твердость, модуль упругости, адгезионная/когезионная прочность, коэффициент трения, износ, а также шероховатость поверхности, является ключевым вопросом успешного развития и коммерциализации наноиндустрии.

Для единства измерений необходимы (1) современные приборы – средства измерений (СИ), (2) аттестованные методы исследований, включая процедуры калибровки (МК), выполнения измерений и анализа полученных результатов (МВИ), (3) высококвалифицированные исследователи, а также (4) стандартные образцы (СО), необходимые для калибровки и поверки средств измерений.

В докладе рассмотрены возможности и ограничения современных методов и средств измерений механических и трибологических свойств наноструктурированных поверхностей при измерительном индентировании; измерительном царапании; измерительном скольжении [2]. Представлены экспериментальные исследования свойств наноструктурированных объектов: покрытий и микропроводов с размером кристаллитов менее 100 нм; покрытий толщиной менее 100 нм; многослойных покрытий с толщиной слоя 10-50 нм [3-4]. Результаты получены в аккредитованной ГК РОСНАНО и ААЦ «АНАЛИТИКА» Испытательной Лаборатории Функциональных Поверхностей (ИЛФП) НИТУ «МИСиС» с использованием аттестованных МВИ, МК и внесенных в ГРСИ средств измерений.

При исследовании наноструктурированных биомедицинских (Ti-C-Sa-P-O-N) и твердых износостойких (Ti-Cr-V-N) покрытий, осажденных на металлические и неметаллические подложки, найдено, что:

– для определенного интервала нагрузок при наноиндентировании механические свойства покрытий практически не зависят от материала подложки;

– адгезионная прочность покрытий, определяемая по методу измерительного царапания, сильно зависит от материала подложки;

– трибологические характеристики (коэффициент трения (к.т.) и износ) покрытий практически не зависят от материала подложки.

Эти результаты были использованы для разработки наноструктурированных СО. Процедура разработки Государственных СО (ГСО), в соответствии с ГОСТ 8.315-97 [5], включала разработку технического задания, программы и методики аттестации, изготовление экспериментальных образцов, проведение испытаний, статистическую обработку данных, метрологическую экспертизу ГСО, утверждение типа ГСО в РОССТАНДАРТЕ и внесение в ГОСРЕЕСТР.

ГСО представляют собой двухслойный материал, состоящий из покрытия Ti-Cr-V-N или Ti-C-Sa-P-O-N толщиной от 1 до 2 мкм с размером кристаллитов менее 100 нм, осажденного на полированную подложку по висотехнологичному магнетронному методу распыления многокомпонентных СВС – мишеней. Результаты измерений

были статистически обработаны для исследования однородности, временной стабильности, а также воспроизводимости технологического процесса получения.

По результатам наноиндентирования образец, представляющий собой покрытие Ti-C-Sa-P-O-N на подложке из плавленого кварца был зарегистрирован как ГСО модуля упругости наноматериала (МУ НМ) с аттестованным значением 202 ГПа +/-10%. По результатам трибологических испытаний образцы, представляющие собой покрытия Ti-Cr-V-N и Ti-C-Sa-P-O-N на подложке из титана Grade 4, зарегистрированы как ГСО коэффициента трения скольжения нанокристаллического материала с низким (КТ-НКМ-0,25, к.т. <0,2) и высоким (КТ-НКМ-0,65, к.т. <0,2) аттестованным значением.

Таким образом, были успешно решены следующие задачи: отладка воспроизводимой технологии производства наноматериалов; разработка и аттестация соответствующих методик измерений и калибровки; выявление условий испытаний, при которых устойчиво проявляются свойства; выполнение измерений и установление аттестованного значения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений".
2. М.И. Петржик, Е.А. Левашов. Кристаллография, том 52, №6, с.1002-1010.
3. Левашов Е.А., Штанский Д.В., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Петржик М.И., Тюрина М.Я., Шевейко А.Н. Деформация и разрушение материалов. - М., 2009.-№11.-С.19-36.
4. Левашов Е.А., Петржик М.И., Тюрина М.Я., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Цыганков П.А., Рогачев А.С. // Металлург.- М., 2010.-№9.-С.66-74.
5. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов.

D7 МЕТОДИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ НА НАНОМЕТРОВОМ МАСШТАБЕ

Усеинов А.С., Усеинов С.С., Гоголинский К.В.

ФГУ "Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов"
 142190, Московская обл., Троицк, ул. Центральная, 7а
 тел: +7(499)272-23-14

Разработка новых наноструктурированных конструкционных и функциональных материалов для машиностроения, медицины и энергетики, а также создание наноразмерных объектов в электронике, микро и наномеханике требует измерения их физико-механических свойств, и в том числе твердости, на субмикрометровом и нанометровом масштабах.

Для измерения твердости применяют методики, основанные на вдавливании индентора (индентирование), или нанесении царапин (склерометрия). Различные методы измерения твердости имеют определенные ограничения их применимости в зависимости от механических свойств исследуемых материалов и глубин внедрения индентора. Твердомеры различных конструкций применяются в промышленности для технологического контроля, а также в научных исследованиях, в том числе при создании новых материалов. При этом часто требуется сравнивать результаты разных измерений и отвечать на вопрос – насколько достоверным является измеренное значение твердости и

насколько оно обусловлено особенностями применяемого метода и средства измерения.

На сегодняшний день структура метрологического обеспечения измерений твёрдости в Российской Федерации основана на прослеживаемости значений твёрдости от Государственных первичных эталонов твёрдости. Передача шкал твёрдости осуществляется с помощью наборов мер, калибруемых на соответствующем эталоне. С точки зрения метрологии сравнение и сопоставление чисел твёрдости из разных шкал недопустимо. Такой подход оправдан в ситуациях, когда измерения проходят на одних и тех же классах материалов, на одном масштабе размеров и конструктивно похожих приборах, что имеет место в условиях производства. Однако распространение методов измерения твердости в область субмикронных и нанометровых линейных размеров диктует необходимость использовать понятие «универсальной» твердости. В качестве такой характеристики предлагается использовать величину среднего контактного давления под индентором, а в качестве эталонов величин твердости – стандартные образцы различных материалов. Использование набора стандартных образцов позволит обеспечить единство измерений механических величин в субмикронном и нанометровом масштабе, а также прослеживаемость к существующим на сегодняшний день эталонам.

В настоящее время измерения механических свойств на нанометровых масштабах осуществляются двумя основными типами приборов: наноинденторами и сканирующими зондовыми микроскопами. Прогресс в области приборостроения привел к созданию нового класса приборов для неразрушающего контроля и измерения механических свойств – сканирующих нанотвердомеров, объединивших в себе методы наноиндентирования и сканирующей зондовой микроскопии.

В докладе обсуждаются особенности реализации различных методов измерения твердости в сканирующих нанотвердомерах отечественного производства, делается обзор факторов, влияющих на процедуры измерения и достоверность измеряемых величин. Проводится анализ сравнения результатов измерений, полученных разными методами при одних и тех же условиях измерений для широкого круга материалов.

Д8 ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА СЛОИСТЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

С.В. Рылицкий, В.А. Швец, Е.В. Спесивцев

Институт физики полупроводников СО РАН
им. А.В. Ржанова

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
rhl@isp.nsc.ru

Развитие современных нанотехнологий для создания новых композиционных слоистых материалов со сложной и переменной стехиометрией, основано на использовании наноразмерных многослойных структур и требует повышенной точности характеристики их физико-химических свойств, в первую очередь, измерения толщин слоев, определения их состава и структурного совершенства.

Существует обширный арсенал методов анализа поверхности и эллипсометрия, по праву, занимает в нём особое место, благодаря своим уникальным свойствам: это бесконтактный, прецизионный и высокопроизводительный метод, основанный на анализе состояния поляризации отраженного света. Метод позволяет с высокой точностью измерять толщины тонких слоёв, характеризовать

кристаллическую структуру и состав материалов, изучать переходные слои, исследовать адсорбционные процессы на границе раздела фаз и многое другое. В основе этих измерений лежит зависимость оптических постоянных от кристаллической модификации, состава, фазовых микровключений, механических напряжений и других факторов.

Эллипсометрию отличает достаточная простота предварительного приготовления образцов, а также широта охвата исследуемых материалов, в том числе поглощающих, анизотропных и жидких. И, наконец, эллипсометрический метод является наиболее универсальным. Он позволяет измерять оптические константы материалов в широком диапазоне их численных значений, характеризовать состояние поверхности (наличие поверхностных слоёв, шероховатости), диагностировать температурно-зависимые процессы, например, адсорбцию, определять толщину, кристаллическую структуру и состав тонких пленок и слоисто-неоднородных систем.

В настоящее время метод эллипсометрии стал одним из основных инструментов диагностики при исследовании и создании мультислойных наноструктур, дополнившись, такими мощными приложениями, как быстродействующая спектральная эллипсометрия и эллипсометрия высокого пространственно-временного разрешения.

К достоинствам метода можно отнести высокую чувствительность (измерение эффективной толщины покрытий до сотых долей монослоя), неразрушающий и невозмущающий характер воздействия на образец, высокое быстродействие (до единиц микросекунд) и вследствие этого возможность контроля быстропротекающих процессов, нечувствительность к окружающей среде, возможность проведения «in situ» исследований в широком диапазоне давлений и температур, возможность измерения в агрессивных средах.

Наиболее широкое применение эллипсометрия традиционно находит в полупроводниковой наноэлектронике, где эффективно используется на всех ступенях технологического процесса, таких как: изготовление подложек и очистка их поверхности, выращивание гетероструктур, осаждение слоев металлов, полупроводников или диэлектриков из газовой фазы, оксидирование, напыление, травление, металлизация, литография. Широкое применение находит новое направление: эллипсометрическая магнитодиагностика. Очень перспективным приложением эллипсометрии является использование ее в современных бионанотехнологиях, особенно, в микробиочиповых технологиях

Для реализации перечисленных возможностей в ИФП СО РАН разработано методическое и аппаратно-программное обеспечение эллипсометрических измерений, отвечающее всем требованиям проведения прецизионного контроля слоистых наноматериалов. На сегодняшний день в ИФП СО РАН представлен и производится унифицированный ряд эллипсометров различного функционального назначения: временного, пространственного и спектрального разрешения (от ближнего УФ до ближнего ИК-диапазона). Приведены и обсуждаются технические характеристики и функциональные возможности выпускаемой эллипсометрической аппаратуры: быстродействующих лазерных и спектральных эллипсометров, сканирующих микроэллипсометров различных моделей и др. приборов.

Рассматриваются вопросы особенностей метрологического обеспечения эллипсометрических измерений на основе действующей «Локальной поверочной

схемы эллипсометров» по МИ 1811-87 «Эллипсометры. Методика поверки».

Работа выполнена при проведении работ по Проектам Президиума РАН №27.10, 27.63, 27.67 и Интеграционным проектам СО РАН №41 и 76.

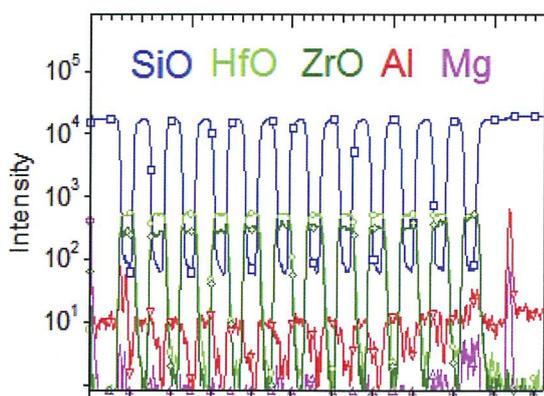
Д9 ВРЕМЯПРОЛЕТНАЯ ВТОРИЧНО ИОННАЯ МАССПЕТРОМЕТРИЯ: ИССЛЕДОВАНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СЛОИСТЫХ СТРУКТУР

И.С. Бредихин

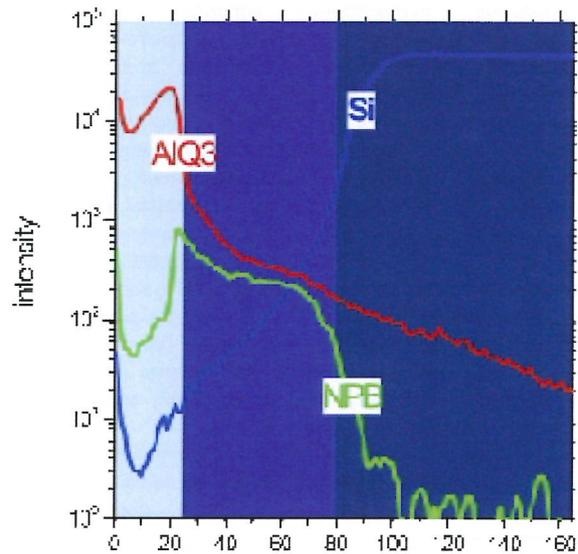
Technoinfo Ltd, г. Москва, Кутузовский пр.,
д. 9, корп. 2а, 77
ivan.bredikhin@technoinfo.ru

Большинство современных устройств, используемых в микроэлектронике являются многослойными структурами с резко изменяющимся химическим составом между слоями. При этом пространственные габариты элементов на слоях составляют всего 100 нм. Безусловно, проводить исследования топологии можно при помощи СЭМ, но проводить комбинированные исследования химического состава с должным пространственным разрешением позволяет лишь метод времяпролётной вторичноионной масспектрометрии (TOF SIMS). В тезисах среди множества применений данного метода по анализу слоистых структур хотелось бы рассказать о двух.

Эффективность лазерного зеркала с диэлектрическим покрытием ухудшилась быстрее, чем позволяли стандарты. Так как загрязнения на поверхности зеркала могли быть не обнаружены, подозревали, что основа была загрязнена перед нанесением покрытия. Не было известно, какие вещества (остатки полировальных материалов, органические загрязнители, остатки чистящих средств и др.) фактически вызывали проблему. Поэтому, было разработано профилирование по глубине время-пролётной масспектрометрии вторичных ионов, которое хорошо подходит для анализов-обследований, так как могут быть обнаружены все элементы параллельно с высокой чувствительностью. Профилирование по глубине показывает более высокую интенсивность магния и алюминия на границе раздела между основой и диэлектрическими слоями. Это загрязнение было связано со следами полировальных материалов, оставленными на основе после неудовлетворительной очистки.



Технология органических светоизлучающих диодов (OLED) широко применяется в таких устройствах как мобильные телефоны, портативные музыкальные плееры, навигаторы. Одной из наиболее важных проблем в её распространении является малое время жизни белковых



материалов. Тем важнее становится изучение химии между различными белковыми слоями. На рисунке приведён глубинный профиль OLED экрана, состоящий из слоёв белков ALQ3 и NPB на кремниевой подложке.

K17 ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ СТРУКТУРЫ ПОЛИМЕР-МАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Озерин А.Н., Куркин Т.С.

Учреждение Российской академии наук Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН
117393 Москва, Профсоюзная ул., 70
ozerin@ispm.ru

Полимерные композиционные материалы широко используются в различных областях современного промышленного производства, в том числе - основанных на нанотехнологиях, что обусловлено относительной легкостью их переработки в конечные изделия.

Переход к наноразмерным уровням наполнителей позволил существенно улучшить характеристики нанокмпозитов при уменьшении их степени наполнения, а в ряде случаев достичь новых свойств (уменьшение проницаемости по целевым компонентам, повышение оптической прозрачности, самопассивации, огнестойкости), недостижимых с использованием традиционных наполнителей и модификаторов. Тем не менее, нанокмпозиты, в основном, все еще остаются материалами, морфология которых практически не контролируется и остается изотропной, что не позволяет настраивать их на некоторые очень важные применения.

В последнее время появились новые подходы и практические приемы, которые позволяют располагать наночастицы заданной формы и размера в матрице полимера контролируемым способом, не ограничиваясь простейшими случаями изотропного или одномерного распределения.

В работе анализируются результаты последних работ в области управления морфологией, структурой и свойствами нанокмпозитов в условиях введения контролируемых количеств наночастиц или наномодификаторов.

Отдельно рассмотрены вопросы практического применения метода малоуглового рентгеновского и нейтронного рассеяния для получения количественной информации о структуре и пространственном строении полимерных нанокомпозитов. Описаны примеры расчета таких структурных характеристик, как размеры, форма и фактор анизотричности диспергированных наночастиц, распределение наночастиц по размерам, удельная поверхность наночастиц, объемное содержание наночастиц в композитах, степень агрегации наночастиц. Подробно рассмотрено решение задачи достоверного восстановления формы наночастиц по данным малоуглового рассеяния без использования априорной информации (*ab initio*). Даны примеры использования метода для анализа наполненных композитов, полимерных гибридных гелей, молекулярных нанообъектов различной природы.

Для ряда систем результаты определений размеров наночастиц методом малоуглового рассеяния сопоставлены с результатами, полученными методом динамического светорассеяния.

Обсуждаются вопросы метрологии, эталонирования и мультимасштабного компьютерного моделирования в применении к задачам конструирования полимерных нанокомпозитов функционального и конструкционного назначения.

K18 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ РАВНОМЕРНОСТИ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ НАНОЧАСТИЦ В ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕ И СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

В.Е. Юдин

Институт высокомолекулярных соединений РАН, 199004 Санкт-Петербург, В.О. Большой проспект, 3 yudin@hq.macro.ru

В настоящее время одним из наиболее эффективных путей разработки новых типов полимерных материалов становится создание гибридных полимер-неорганических нанокомпозитов. Важно отметить, что формирующиеся в результате такого объединения на молекулярном и надмолекулярном уровне органической (полимер) и неорганической (наночастица) составляющих полимерные материалы представляют собой, как отмечается в большом числе экспериментов, абсолютно новые полимерные системы, не являющиеся простой «суммой» составляющих их компонентов. При целенаправленном объединении формируются материалы с новым уровнем физико-химических, механических и других свойств, в том числе электрических и магнитных. Физические свойства гибридных полимер-неорганических нанокомпозитов в силу эффектов синергизма оказываются достаточно уникальными и совершенно отличными от свойств микро- и макрокомпозитов, где, как правило, доминирует аддитивный характер взаимодействия компонентов системы.

Значительные изменения (в несколько раз) разрывного напряжения, модуля и других (барьерных, электропроводящих, магнитных) свойств полимеров при добавлении в полимеры всего нескольких объемных % наночастиц с большой удельной поверхностью и значительной анизотрипией размеров часто связывают с появлением так называемого перколяционного кластера или сетки из рядом расположенных частиц наполнителя, которая распространяется на весь макроскопический образец. Наличие перколяционного кластера может являться той структурной особенностью наполненных полимеров,

благодаря которой их поведение на наноуровне проявляется в механических и других физических свойствах макроскопического образца.

Оказалось, что область вязкотекучего состояния полимерного материала является наиболее чувствительной для оценки «равномерности» распределения наночастиц в объеме полимера, которая характеризуется формированием перколяционного кластера при определенной концентрации наночастиц в объеме полимерной матрицы. Реологический метод исследования расплавов и растворов нанокомпозитов дополняет известные структурные методы (рентген, электронную микроскопию и др.) анализа морфологии нанокомпозитов. Так, наличие корреляции между реологическими и электропроводящими свойствами нанокомпозитов, наполненных, углеродными наночастицами, позволяет связать резкое возрастание вязкости композиции при увеличении концентрации частиц с появлением перколяционного кластера (**рисунок**). Поэтому данные реологических испытаний, которые будут обсуждаться в докладе, в последнее время являются предметом оживленной дискуссии в научной литературе, посвященной нанокомпозитам.

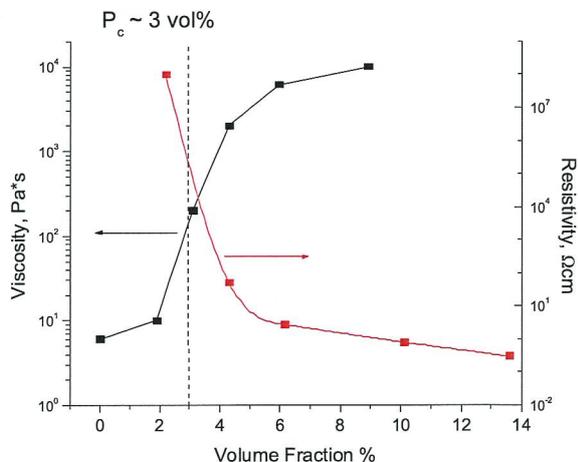


Рисунок: Зависимость вязкости и удельного электрического сопротивления полиимидного термопласта, наполненного углеродными нановолокнами, от их объемной концентрации. P_c - это объемная концентрации частиц, при которой образуется перколяционный кластер.

K19 МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ КОМПОЗИЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Н. П. Муравская

ФГУП ВНИИОФИ, Москва

Развитие и применение композиционных наноматериалов может значительно улучшить качество в различных областях жизнедеятельности, таких как медицина, очистка воды, защита окружающей среды, авиация и космонавтика, добыча энергетических ресурсов.

Композиционные материалы представляют собой многосложные гетерогенные (разнородные) структуры, образованные комбинацией армирующих элементов и изотропного связующего. Современные композиционные материалы обладают удельной прочностью и жесткостью в

направлении армирования, в 4-5 раз и более превышающей удельную прочность и удельную жесткость стали, алюминийевых и титановых сплавов.

Увеличение прочностных свойств материалов за последние десятилетия был обусловлен в основном разработкой сплавов с новым химическим и фазовым составом. В последние годы наметились новые пути повышения свойств материалов за счет целенаправленного формирования микро- и нано-кристаллической структуры.

Химический и фазовый состав, форма, размеры и другие характеристики кристаллитов и границ раздела оказывают определяющее влияние на свойства материалов.

Поскольку химический состав наноматериалов определяет их основные свойства необходимо решение вопроса о метрологическом обеспечении определения их состава, оценки соответствия требованиям и нормам.

При анализе химического состава веществ и материалов применяются, как правило, классические методы и аппаратура на основе рентгено-флуоресцентных источников возбуждения, индуктивно-связанной плазмы (ICP), эмиссионных источников, так называемых атомных спектральных измерений (АСИ).

Примеси, влияющие на различные свойства и характеристики нано-материалов, могут находиться в них в разной форме: в виде атомов, молекул, отдельных простых и сложных групп, кластеров, микровключений и т.д. В основе этих форм лежат индивидуальные химические элементы периодической таблицы. Поэтому качественное и количественное определение элементного состава примесей в наноматериалах методами АСИ, наряду с другими видами аналитического контроля, является одной из наиболее информативных задач метрологического обеспечения нанотехнологий и композиционных наноматериалов.

На сегодняшний день в различных организациях и предприятиях наноиндустрии используется большое количество измерительного и испытательного оборудования для определения химического состава различных композиционных наноматериалов. Для того, чтобы повысить точность и достоверность полученных результатов, необходимо обеспечить прослеживаемость результатов измерений до единиц СИ или до национального эталона. Одной из основ обеспечения прослеживаемости результатов измерений являются стандартные образцы разного уровня, методики измерений с учетом конкретного оборудования и привязки к национальным эталонам единиц величин.

Применение СО и методик исследования их состава, структуры и специальных свойств для контроля качества материалов является одним из факторов, обеспечивающих ресурс и безопасность эксплуатации технических средств повышенной сложности. С помощью СО могут быть созданы программы исследования состава материалов для современных аналитических приборов, например, оптических спектрометров, с помощью которых будет возможен экспресс-анализ материалов, что позволит корректировать (при необходимости) химический состав в процессе выплавки и обеспечить контроль качества при производстве готовых изделий.

В целях обеспечения единства и прослеживаемости результатов измерений химического состава наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем и метрологического обеспечения различных организаций и предприятий наноиндустрии необходимо создание отраслевой инфраструктуры.

Потенциальными участниками такой инфраструктуры должны стать:

– предприятия, выпускающие изделия авиационно-космического назначения;

– предприятия металлургической промышленности;

– предприятия энергетического и машиностроительного комплексов;

– научно-исследовательские учреждения и лаборатории, проводящие исследования и разработку наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем, созданных с использованием нанотехнологий;

– организации и метрологические службы, обеспечивающие контроль изделий нанотехнологий и композиционные наноматериалы;

– метрологические институты, центры стандартизации и метрологии, центры метрологического обеспечения и оценки соответствия наноматериалов, нанотехнологий и композиционных наноматериалов;

– центры коллективного пользования, предприятия, организации, вузы и научно-образовательные центры по направлению «Наноматериалы и нанотехнологии», организации, разрабатывающие и производящие продукцию нанотехнологий;

– научно-исследовательские организации, институты, лаборатории и вузы, осуществляющие фундаментальные исследования и работы в области развития нанотехнологий;

– организации, разрабатывающие технологическую и измерительную составляющие нанотехнологий, обеспечивающие приборно-аналитические измерения.

При создании и развитии новой системы метрологического обеспечения нанотехнологий и композиционных наноматериалов основным является преодоление противоречий между необходимостью обеспечения высокой надежности и достоверности измерений на основе поверки каждого узаконенного прибора в любой точке страны, с одной стороны, и большими затратами на создание и функционирование системы метрологического обеспечения при использовании классических принципов централизованного воспроизведения и передачи размеров единиц, в т.ч. массовой концентрации нескольких десятков компонентов в диапазоне от наноконцентраций до 100 %, с другой стороны.

Разрешение этого противоречия возможно только за счет поиска путей интенсификации процессов воспроизведения и передачи размеров единиц содержания компонентов.

Анализ показывает, что наиболее оптимальным для интенсификации является применение и разработка:

– универсальных эталонных методов и многофункциональных эталонных установок для воспроизведения и передачи размера единиц для количественного химического анализа (КХА) компонентов в жидких и твердых средах;

– методов масштабного преобразования для воспроизведения размера единиц для КХА на всех участках шкал измерений: спектральной, фотометрической и аналитической;

– методов компарирования, как основного метода передачи размера единиц АСИ от первичных эталонов к эталонам сравнения и далее к рабочим эталонам и рабочим средствам измерений;

– поэлементных методов и методов физических эквивалентов для контроля и поддержания метрологической исправности эталонных установок и рабочих средств измерений;

– создания государственного эталона массовой доли и массовой концентрации твердых и жидких сред методом

спектральных измерений и масс-спектрометрии, а также разработки новой государственной поверочной схемы.

Для того, чтобы упорядоченно проводить все вышеуказанные работы, не допуская ненужного дублирования, приведения всего процесса измерений к единицам принятых величин, участия в международных сличениях, проведения межлабораторного анализа, создания комплекса нормативных документов (МВИ) для определения состава композитных наноматериалов и, соответственно, повышения точности и достоверности полученных результатов, необходимо создание иерархической схемы прослеживаемости измерений.

Иерархическая схема прослеживаемости измерений должна состоять из основных участников, которые могут ее обеспечить. Это, в первую очередь, Национальный метрологический институт – держатель национального эталона, референтная лаборатория, которая осуществляет связь между воспроизводимыми единицами величин и рутинными измерениями, лаборатории предприятий и организаций – производителей композиционных наноматериалов, а также измерительные лаборатории по оценке безопасности композиционных материалов и охране окружающей среды.

В целях совершенствования организации и координации работ по развитию метрологического обеспечения, стандартизации и оценки соответствия новых нанотехнологий и композиционных наноматериалов необходимо:

1. Создание метрологического комплекса на основе спектральных методов анализа, рентгеноструктурного, рентгено-флуоресцентного и электронно-искроскопического анализов для определения химического состава гетерофазных наноструктурированных композиционных материалов, а также дилатометрии и калориметрии.

2. Создание и аттестация комплектов стандартных образцов (СО) химического состава наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем.

3. Разработка и аттестация методик измерений химического состава, определения концентраций легирующих элементов, микролегирующих элементов, примесей для наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем.

4. Разработка нормативно-технических документов по обеспечению прослеживаемости результатов измерений, выполняемых с помощью разрабатываемого метрологического комплекса.

5. Разработка проектов национальных стандартов на методы измерения химического состава наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем, в том числе:

- рентгено-флуоресцентный метод анализа наноструктурированных сплавов;
- эмиссионный спектральный анализ с фотоэлектрической регистрацией спектра наноструктурированных сплавов;
- эмиссионный спектральный анализ с индукционно-связанной плазмой наноструктурированных сплавов.

6. Разработка рекомендаций по оснащению стандартными образцами наноструктурированных композиционных материалов и гетерофазных композиционных систем центров коллективного пользования и научно-образовательных центров, измерительных и аналитических лабораторий, функционирующих в области производства авиакосмической техники, машиностроительного и энергетического комплексов.

На сегодняшний день ФГУП «ВИАМ» и ФГУП «ВНИИОФИ» в рамках проведения работ по созданию системы метрологического обеспечения разработки и производства наноструктурированных композиционных материалов было испытано и утверждено 11 типов стандартных образцов различных наноструктурированных сплавов, созданных ФГУП «ВИАМ»: никелевых сплавов (марки ЖС-32, ВЖМ4, ВКНА25), алюминиевых сплавов (марки 1933, 1441, 1424, 1163, 1420, В96ц-Зпч, АЛ9) и магниевого сплава марки Мл5.

Также были разработаны, аттестованы и зарегистрированы в Федеральном реестре 14 методик измерений состава и свойств композитных наноматериалов:

– ФР.1.31.2009.06090 МВИ определения содержания висмута в жаропрочных никелевых сплавах с применением ИСП – спектрометрии;

– ФР.1.31.2009.06091 МВИ количественного определения рения в литейных супержаропрочных никелевых сплавах;

– ФР.1.31.2009.06092 МВИ спектрального определения содержания тантала в супержаропрочном никелевом сплаве ЖС 47;

– ФР.1.31.2009.06655 Определение массовой доли фосфора в жаропрочных никелевых сплавах, легированных рением и рутением, с использованием масс – спектрометра с индуктивно – связанной плазмой;

– ФР.1.31.2009.06656 Определение массовой доли скандия, иттрия и церия в жаропрочных никелевых сплавах, легированных рением и рутением, с использованием масс – спектрометра с индуктивно – связанной плазмой;

– ФР.1.31.2009.06657 Определение массовой доли кальция и магния в жаропрочных никелевых сплавах, легированных рением и рутением.

– ФР.1.27.2010.08053 Методика измерений структурно-фазовых параметров компонентов углепластика с применением рентгеноструктурного анализа.

– ФР.1.27.2010.08052 Методика измерений структурно-фазовых параметров углепластиков (характеристик пористости) с применением оптической микроскопии.

– ФР.1.31.2010.08054 Методика измерений. Определение химического состава высокопрочного пожаробезопасного титанового сплава.

– ФР.1.37.2010.08908 Методика измерений линейных размеров наночастиц и прослоек наноструктурированных фаз наносиликатов методом рентгеноструктурного анализа.

– ФР.1.37.2010.08909 Методика измерений состава наноструктурированных фаз и прослоек методом микрорентгеноспектрального анализа.

– ФР.1.37.2010.08910 Методика измерений размеров фаз и слоев методом методом растровой электронной микроскопии.

– ФР.1.37.2010.08911 Методика измерений линейных размеров наночастиц и прослоек наноструктурированных фаз методом просвечивающей электронной микроскопии.

– ФР.1.34.2010.08597 Методика измерений электропроводности (проводимости) порошка углеродных наночастиц.

D10 СУБМИЛЛИМЕТРОВАЯ ЛАЗЕРНАЯ АБЛЯЦИЯ, КАК МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА НАНОСИСТЕМ РАЗЛИЧНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

А.К. Петров, А.С. Козлов

Институт химической кинетики и горения СО РАН,
Новосибирск, 630090, ул. Институтская 3,
petrov@kinetics.nsc.ru

Под действием субмиллиметрового излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на биологические и синтетические полимеры, неорганические комплексы и наночастицы, на антитела медицинских вакцин и т.д. происходит их переход в аэрозольную фазу без деструкции и денатурации (мягкая абляция). Размеры этих аэрозольных частиц измеряются с помощью диффузионного спектрометра аэрозолей (ДСА).

Проведено сравнение полученных результатов с классическими методами: силовой и сканирующий микроскоп, рентгеновское рассеяние, вязкость, динамическое светорассеяние. Показано, что предлагаемый метод является универсальным, более быстрым и информативным.

K20 ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ И ТОНКИХ ПЛЕНОК

Латышев А.В.

Институт физики полупроводников им.
А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск
Новосибирский государственный университет,
г. Новосибирск
latyshev@thermo.isp.nsc.ru

На современном этапе развития нанотехнологий функциональные свойства тонких пленок и наноструктур в значительной степени определяются их размерами, что требует решения задачи обеспечения точности и единства измерений в нанодиапазоне на всех этапах их разработки, создания и применения. Повышение требований к метрологическому сопровождению технологий в области нанометрового и субнанометрового диапазона, требуется достижение точности измерений в 1 нм и лучше.

Представлен обзор работ по развитию методов сканирующей зондовой и электронной микроскопии для визуализации атомных ступеней, монослойных покрытий и нанокластеров на поверхности кристалла, а также технологии изготовления функциональных поверхностных структур с регулируемыми свойствами. Актуальной задачей для развития функциональных материалов, является не только совершенствование технологий их создания, но и комплексная диагностика, которая позволяет проводить прецизионное измерение, с точностью до долей нанометров, геометрических параметров этих материалов. Применение взаимодополняющих высокоразрешающих диагностических методов обеспечивает получение принципиально новых знаний о процессах формирования наноструктур и расширяет возможности управления структурным совершенством функциональных низкоразмерных систем. Представлены результаты по формированию монослойных, упорядоченных субмонослойных покрытий и нанокластеров на поверхности кремния с монокристаллическими ступенями. На основе полученных результатов уточнен ряд параметров, характеризующих элементарные взаимодействия на поверхности кремния, и выработаны рекомендации по улучшению структурного

совершенства границ раздела в гетероэпитаксиальных системах.

Сообщается о разработке физических подходов для повышения метрологической точности и воспроизводимости измерений геометрических размеров тонких пленок и поверхностного рельефа в нано- и субнанометровом диапазоне. Процессы сверхвысоковакуумных эпитаксиальных технологий открывают возможность контролируемого управления процессами самоорганизации на атомно-чистой поверхности кремния при высокой температуре и позволяют создавать тест-объекты для калибровки атомно-силовых микроскопов в диапазоне от долей ангстрема до сотни нанометров с дискретностью, равной высоте монокристаллической ступени на поверхности кремния. Приведен обзор результатов исследования монокристаллических ступеней на поверхностях кремния с помощью *in situ* метода отражательной электронной микроскопии в сверхвысоком вакууме и атомно-силовой микроскопии в различных модах. Приводятся данные о создании калибровочных мер, представляющих собой поверхность кремния с заданной плотностью ступеней, в том числе предельно гладких поверхностей, которые могут быть использованы в качестве стандартных образцов. Полученные функциональные подложки кремния с низкой плотностью монокристаллических ступеней, распределение которых задается эффектами кинетической нестабильности поверхности кремния в условиях прогрева прямым пропусканием электрического тока, могут быть использованы для решения проблем метрологии и диагностики различных наноструктур.

На примере работы центра коллективного пользования «Наноструктуры» представлены результаты прецизионных измерений в рамках метрологического обеспечения научно-исследовательских работ в областях точного приборостроения при создании оптических интерферометров нового поколения, прецизионных атомно-силовых и электронных микроскопов, нанолитографии высокого разрешения при создании функциональных квантовых наноструктур для информационных технологий, физики и химии полупроводниковых эпитаксиальных наносистем и ультрадисперсных каталитических систем, молекулярной биологии и медицины для геномной инженерии и медицинской диагностики, создания новых материалов для наносенсоров или мембранных нанофильтров, оптических зеркал для лазерных технологий и наноэлектронных механических устройств, энергосберегающих технологий на основе наноматериалов для солнечной энергетики и силовой электроники. Приводятся примеры методов и средства метрологического обеспечения единства прецизионных измерений в нано- и субнанометровом диапазоне на основе кремниевых мер с предельными характеристиками.

K21 НАНОСТРУКТУРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ – НОВЫЙ ПОДХОД ДЛЯ СОЗДАНИЯ ДЕШЕВЫХ И ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ СОЛНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И ОПТОЭЛЕКТРОННЫХ ПРИБОРОВ

Проф. доктор наук Дориана Димова-Малиновска
Центральная Лаборатория Солнечной Энергии и Новых Энергетических Источников, Болгарская Академия Наук
Бул. Цариградско шоссе 72, 1784 София, Болгария
doriana@phys.bas.bg

Одной из самых важных проблем 21 века является преобразование солнечного света, применяя дешевые и высокоэффективные солнечные элементы. Наноматериалы и нанотехнологии создания солнечных элементов на их основе, являются предметом интенсивного изучения в последние годы. В лекции рассматриваются возможность применения некоторых наноструктурных материалов, таких как наночастиц и нанопроволок, и их преимущества для создания более эффективных и более дешевых солнечных элементов. Кроме того, эти наноструктурные материалы находят применение и в оптоэлектронной промышленности. Нано материалы обладают некоторыми уникальными свойствами. Они имеют большую поверхностную и интерфейсную площадь на единицу объема, что приводит к увеличению абсорбции света и более эффективному разделению носителей заряда, что способствует повышению эффективности преобразования солнечного света. Изменением размеров наночастиц возможно получить материалы с измененными запрещенной зоной, оптическими и электрическими свойствами, что невозможно получить в объемных материалах. Кроме того, наноструктурные материалы как „чернила из наночастиц“ способствуют для снижения цены производства тонких слоев применяя т.н. “roll-to-roll” и печатные технологии. В лекции приводятся и обсуждаются экспериментальные результаты измерений оптических и структурных свойств некоторых материалов с наноструктурой, таких как тонкие слои ZnO и поликристаллический Si.

D11 АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ, ХИМИЧЕСКОГО И ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

В.В. Каичев¹, Т.П. Смирнова², В.А. Гриценко³

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5, 630090 Россия

vvk@catalysis.ru

²Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, Россия

³Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, Россия

В докладе рассматриваются методические особенности применения рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии для изучения химического состава, а также электронного и атомного строения тонких полупроводниковых и диэлектрических пленок.

На примере исследования тонких пленок HfO₂/Si демонстрируются возможности послойного анализа для исследования химического состава как собственно оксидной пленки, так и интерфейсного слоя на границе пленка-подложка [1]. Показано, что толщина оксидного слоя SiO₂ на поверхности кремниевой подложки влияет на химический состав интерфейсного слоя. При толщине слоя SiO₂ около 20 нм в процессе синтеза пленки происходит образование на интерфейсной границе слоя силиката гафния; при толщине слоя SiO₂ равной 5 нм - слоя силицида гафния.

Установлено, что в ходе ионного травления оксидных пленок при высокой энергии ионов Ar⁺ (>2 эВ), используемых для послойного анализа, в ряде случаев наблюдается частичное восстановление катионов металлов (Ta, Hf, и т.д.), что затрудняет анализ химического состава пленок. В тоже время данный эффект может быть использован как способ генерации большого количества дефектов (поливакансий кислорода) в структуре оксидных пленок. Исследование спектральных свойств данных дефектов, играющими роль ловушек для дырок и электронов в структуре диэлектрических слоев, позволяет получать детальную информацию об электронном строении окисных пленок [2].

На примере исследования пленок Al₂O₃/Si показано, что дополнительную информацию об электронном строении полупроводников и диэлектриков можно получать из анализа спектров валентной зоны, а также из спектров потерь, содержащих информацию об энергии возбуждения плазмонов и о ширине запрещенной зоны [3].

На примере исследований пленок (HfO₂)_x(Al₂O₃)_{1-x}/Si и (HfO₂)_x(Sc₂O₃)_{1-x}/Si, выращенных методом ALD, показано, что метод РФЭС позволяет однозначно доказать образование твердых растворов в данных системах. Для систем (HfO₂)_x(Al₂O₃)_{1-x} установлено, что увеличение концентрации Al приводит к заметному изменению разницы энергий связи уровней O1s и Hf4f_{7/2}. Следует отметить, что параметр Δ, равный разнице энергий связи уровней O1s и Hf4f_{7/2}, не зависит от эффекта зарядки, приводящего к сдвигу линий в РФЭС спектрах, и действительно отражает распределение катионов Al и Hf в исследуемой пленке. Для стехиометрического оксида HfO₂ параметр Δ = 513.4±0.1 эВ. Для твердых растворов (HfO₂)_x(Al₂O₃)_{1-x} при увеличении атомного соотношения [Al]/[Hf] в пределах от 0.2 до 34 параметр Δ монотонно растет от 513.5 до 513.9 эВ. Образование твердых растворов в данной системе подтверждается также плавным увеличением величины щели запрещенной зоны с ростом концентрации Al. Для систем (HfO₂)_x(Sc₂O₃)_{1-x}/Si параметр Δ меняется незначительно. Однако, наблюдаемое монотонное увеличение ширины щели (в пределах от 4.4 до 6.0 эВ) при увеличении концентрации Sc также указывает на образование твердого раствора в данной системе. Данный подход может быть использован для исследования различных систем на основе бинарных оксидов [4].

Приведенные примеры демонстрируют широкие возможности метода РФЭС при исследовании тонких полупроводниковых и диэлектрических слоев.

Работы выполнены в рамках междисциплинарного интеграционного проекта № 70 СО РАН «Исследование и оптимизация ФЛЭШ-памяти на основе нанометровых диэлектриков с высокой диэлектрической проницаемостью».

1. Смирнова Т.П., Каичев В.В., Яковкина Л.В., Косяков В.И., Белошапкин С.А., Кузнецов Ф.А., Лебедев М.С., Гриценко В.А. Состав и строение пленок оксида гафния на кремнии. // Неорг. Матер. 2008. Т. 44. № 9. С. 1086-1092.

- Иванов М.В., Перевалов Т.В., Алиев В.Ш., Гриценко В.А., Каичев В.В. Моделирование *ab initio* электронной структуры δ -Ta₂O₅ с кислородной вакансией и сравнение с экспериментом. // ЖЭТФ. 2011. Том. 139. № 5 (в печати).
- Perevalov T.V., Gritsenko V.A., Kaichev V.V. Electronic structure of aluminum oxide: *ab initio* simulations of α and γ phases and comparison with experiment for amorphous films. // Eur. Phys. J. Appl. Phys. 2010. V. 52. No. 3. P. 30501-1-7.
- Каичев В.В., Дубинин Ю.В., Смирнова Т.П., Лебедев М.С. Изучение структуры пленок (HfO₂)_x(Al₂O₃)_{1-x}/Si методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. // ЖСХ. 2011 (в печати).

D12 ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ АСМ ДЛЯ ОЦЕНКИ МЕЖФАЗНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В СМЕСЯХ ПОЛИМЕРОВ

Н.В. Шадрин¹, М.Д. Соколова²

¹Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова, г. Якутск
NShadrinoff@yandex.ru

²Институт проблем нефти и газа СО РАН, г. Якутск

В настоящей работе представлены результаты исследования структуры полимерэластомерных материалов методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Полимерными компонентами в смесевой композиции являются бутадиен-нитрильный каучук БНК-18 и сверхвысокомолекулярный полиэтилен СВМПЭ. С термодинамической точки зрения эти два полимера несовместимы и представляют собой двухфазную полимерную смесь: дисперсионная среда (матрица) – эластомерная, дисперсная фаза – частицы СВМПЭ. Известно, что материал на основе смесей несовместимых полимеров может иметь улучшенный комплекс свойств только в том случае, если на границе раздела фаз образуется развитый переходный слой, который наблюдается при условии близких значений поверхностных энергий [1, 2]. Однако найти пару каучука и полимера с близкими значениями весьма трудно: каучук всегда будет иметь большие значения этого параметра. В этом случае необходимо применение специальных добавок – компатибилизаторов, повышающих взаимодействие на границе раздела фаз. В данной работе, в качестве компатибилизатора выбраны механоактивированный природный цеолит, обладающий высокой адсорбционной способностью и высокой поверхностной энергией и шпинель магния [3].

Исследования переходного слоя между эластомерной матрицей БНК-18 и СВМПЭ проводилось с помощью измерения поверхностной энергии структурных элементов в полимерэластомерной композиции и сочетания методов фазового контраста и силовой модуляции АСМ. Измерение поверхностной энергии проводилось на приборах «Ntegra» и «Solver-Pro» фирмы NT-MDT с помощью силовых кривых.

В работе показано, что методы АСМ могут быть эффективно использованы для исследования уровня межфазного взаимодействия в смесях полимеров. Результаты исследования адгезии в смесях несовместимых полимеров дают возможность правильно выбрать компатибилизатор, оценить распределение поверхностной энергии в различных фазовых областях сложной системы. Фазовый контраст позволяет качественно визуализировать межфазный слой и его морфологические особенности.

Литература:

- Полимерные смеси. Т. 1 и 2 / Пер. с англ / Под. ред. Д. Пола и К. Бакнелла С. Ньюмена. СПб: Научные основа и технологии. 2009. 1224 с.
- Липатов Ю.С. Межфазные явления в полимерах - Киев: Наукова думка. 1980- 260 с.
- Соколова М.Д., Давыдова М.Л., Шадрин Н.В. Морозостойкие композиты на основе бутадиен-нитрильного каучука, сверхвысокомолекулярного полиэтилена и природного цеолита// Материаловедение.-2010.-№5. – С. 40-45.

K22 КАТАЛИТИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В ГАЗОВОЙ СРЕДЕ

Д. Н. Захаров

Birck Nanotechnology Center and School of Materials Engineering, Purdue University, США

Одностенные нанотрубки (ОСНТ) обладают уникальными физическими, химическими и механическими свойствами, что служит основой их применения в индустрии и науке. Ряд неразрешенных вопросов, однако, ограничивает широкое использование ОСНТ. В первую очередь это отсутствие способов контроля хиральности ОСНТ, а именно это позволяет управлять их электрическими свойствами. Вторых - относительно низкий выход ОСНТ в процессе осаждения из газовой фазы (CVD-процесс), обусловленный коротким сроком службы катализатора.

Для исследования способов контроля хиральности в реакторе осаждения из газовой фазы проводился ряд экспериментов по формированию ОСНТ и, в частности, по отжигу каталитических частиц железа осажденных на подложки SiO_x. Морфология частиц железа во многом определяет рост и микроструктуру ОСНТ. Результаты экспериментов показали, что при тщательном подборе и контроле условий синтеза ОСНТ контроль хиральности возможен. Для получения более 90% ОСНТ с металлическим типом проводимости необходимо использование смеси из He/H₂/H₂O в качестве буферного газа в процессе CVD. Возможно и получение ОСНТ с полупроводниковой проводимостью, но для этого необходима замена буферного газа на смесь из Ar/H₂/H₂O. Часть экспериментов с каталитическими частицами, проводились *in-situ* в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) с контролируемой атмосферой в камере образца. Были исследованы изменения морфологии и структурны каталитических частиц при изменении буферного газа в условиях максимально приближенных к условиям в реакторе. Показано, что частицы железа в атмосфере He имели огранку с четко выраженными плоскостями типа {111} (Рис.1А), тогда как при замене атмосферы на Ar частицы утрачивали огранку и они принимали округлую форму (Рис.1В). При обратной замене атмосферы, частицы восстанавливают огранку (Рис.1С). Также обнаружено, что низкий выход ОСНТ обусловлен оствальдовским созреванием (переконденсацией) (Рис.2), а также диффузией каталитических частиц в подложку. Все результаты однозначно указывают на необходимость рационального дизайна катализатора для продления срока его жизненного цикла, а также систематического контроля параметров роста для обеспечения выхода ОСНТ с заданными физическими и химическими свойствами.

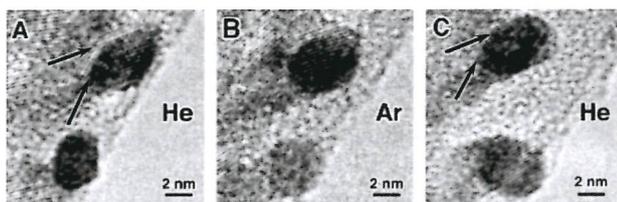


Рис.1. Изображения каталитических частиц Fe, полученные в реальном времени в ПЭМ с контролируемой газовой средой: (А) В атмосфере He (давление 0.5 Торр) частицы Fe демонстрируют огранку четко выраженными плоскостями типа {111} (отмечены стрелками). (В) При замене He на Ar (давление 0.5 Торр), огранка частиц исчезает, они принимают округлую форму. (С) Морфологические изменения имеют обратимый характер.

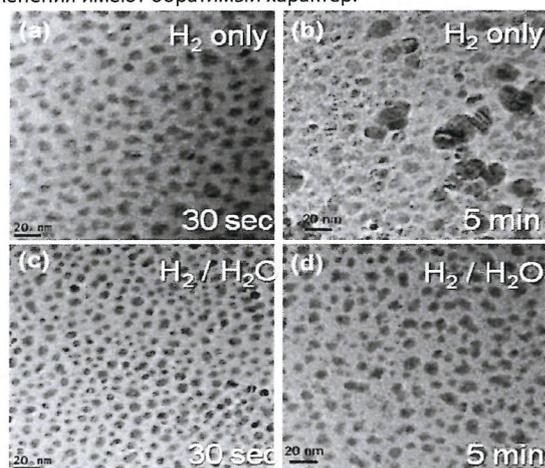


Рис.2. ПЭМ частиц каталитического Fe, осажденного на подложку Al_2O_x , нагретую до $750^\circ C$ в атмосфере H_2 (a,b), и смеси H_2 и паров воды (c,d). После отжига 30 с. каталитические частицы имеют схожие размеры вне зависимости от среды. Дальнейший отжиг в течении 5 мин. в среде H_2 приводит к значительному увеличению среднего размера частиц (b), чего не наблюдается при отжиге в смеси H_2 и паров воды.

Д13 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ЧАСТОТАХ ВЕРХНЕГО ГИГАЕРЦОВОГО И ТЕРАЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНОВ

В.И. Сусляев, Е.П. Найден, О.В. Бабкина

Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Томск, пр-т Ленина 36
naiden@elefot.tsu.ru

Создание метрологического комплекса и нормативно-методической базы для обеспечения единства измерений электромагнитных характеристик функциональных наноматериалов, активно взаимодействующих с электромагнитным излучением верхнего гигагерцового и терагерцового диапазонов, является актуальной задачей. Это связано с возросшей интенсивностью освоения этого относительно слабо изученного участка длин волн и появлением принципиально новых материалов, перспективных для использования в данных диапазонах.

Среди функциональных материалов, используемых в радиоэлектронике, эффективность использования которых в

качестве устройств, отражающих и поглощающих микроволнового электромагнитного излучения экспериментально доказана, можно выделить углеродные наноматериалы (многостенные и одностенные нанотрубки, фуллерены, луковичные структуры), наноразмерные порошки оксидных ферритмагнетиков с кубической и гексагональной структурами и композиты на их основе [1-3]. Эффект взаимодействия может быть использован в практических целях для создания устройств: обеспечивающих согласование элементов аппаратуры, имитацию свободного пространства и защиту биологических объектов от вредного воздействия электромагнитного поля. Результаты могут быть использованы для получения новых знаний об электромагнитных свойствах и связанных с ними фундаментальных характеристиках материала, необходимых для создания веществ с заданными электромагнитными свойствами.

Однако данная частотная область измерений параметров наноматериалов является, в настоящее время, метрологически необеспеченной.

Национальный исследовательский Томский государственный университет для проведения работ с целью создания метрологического комплекса и нормативно-методической базы обладает необходимым оборудованием: векторным анализатором цепей фирмы Agilent Technologies (диапазон частот – 0,01- 40 ГГц); интерферометром Маха-Цандера (0,04 - 1,42 ТГц); спектрометром терагерцового диапазона СТД-21 (0,03 -2 ТГц), монохроматическим субмиллиметровым спектрометром МАСС-4 (диапазон частот – 0,1- 1,5 ТГц) и опытом разработки методик проведения измерений электромагнитных характеристик наноразмерных материалов на СВЧ [4-8].

Научно-образовательный центр «Физика и электроника гигагерцовых и терагерцовых волн» имеет достаточный опыт по выполнению хозяйственных работ, ведомственных и федеральных целевых программ по исследованию композиционных наноматериалов в широкой полосе частот.

Томский региональный центр коллективного пользования ТГУ (ТРЦКП), в состав которого входит ЦКП «Центр радиофизических измерений, диагностики и исследования природных и искусственных материалов», аккредитован на техническую компетентность в области контроля свойств наноматериалов (аттестат аккредитации № РОСС. RU. 0001. 22НН07, выданный Федеральным агентством по техническому регулированию 16.02.10, аттестат признания компетентности № РОСС. RU. В503.04НЖ00.70.04.0026 от 29.10.09, выданный Государственной корпорацией «Российская корпорация нанотехнологий»; аттестат аккредитации РОСС RU 0001 №517686 от 11.12.09 в системе аккредитации аналитических центров).

ТРЦКП имеет долгосрочные и устойчивые связи с метрологическими организациями, специализирующимися в области радиоизмерений: Федеральным государственным унитарным предприятием «Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени институт метрологии» (ФГУП СНИИМ) и Федеральным государственным унитарным предприятием «Сибирский филиал Всесоюзного научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ»).

Совместные скоординированные усилия ВУЗов, метрологических и других организаций, заинтересованных в получении метрологически обоснованных достоверных сведений об электромагнитных характеристиках в дальнем гигагерцовом и терагерцовом диапазонах – гарантия решения сложной задачи создания метрологического комплекса и нормативно-методической базы в самое короткое время.

Литература

1. I. N. Mazov, et al. // Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures, 2010.–18.– P.505–515.
2. Суслев В.И. и др. М.С. // Известия ВУЗов. Физика, 2008 – № 9 – С. 95-101.
3. Суслев В.И., и др., Патент РФ, №2382804, зарегистрирован 27 февраля 2010 г.
4. МВИ СТО ТГУ 031 – 2009.
5. МВИ СТО ТГУ 032 – 2009.
6. МВИ СТО ТГУ 033 – 2009.
7. МВИ СТО ТГУ 053 – 2009.
8. МВИ СТО ТГУ 064 – 2009.

Д14 ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК НЕКОТОРЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ РАЗЛИЧНЫХ ФИЗИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ

В.В. Беляев, Д.Л. Богданов

НОЦ физических и химических исследований материалов и наносистем
 Московский государственный областной университет
 105005, Москва, ул. Радио, 10а
 vic_belyaev@mail.ru

В настоящее время известно много способов формирования наноматериалов и нанообъектов. Довольно хорошо разработаны методы измерения их пространственных характеристик, имеется или находится в процессе разработки и утверждения около 30 российских стандартов по этому направлению. Хуже обстоит дело с измерением оптических, электрофизических, механических параметров. Практически отсутствуют исследования акустических характеристик таких материалов и объектов, и нет экспериментов при изменяющемся давлении.

С учетом интенсивного развития nanoиндустрии и возрастающей эксплуатации наноматериалов и устройств особенно актуальными становятся их исследования в различных физических полях меняющейся интенсивности и конфигурации. Такие исследования позволяют получить данные о новых материалах, найти новые физические закономерности поведения систем в наноразмерном масштабе, определить границы применения новых материалов и технологий и выработать рекомендации по их расширению.

В Московском государственном областном университете (МГОУ) и созданном в МГОУ в 2007 г. НОЦ физических и химических исследований материалов и наносистем (НОЦ ФХИМН) традиционно давно проводятся исследования ряда молекулярных и полимерных материалов под воздействием акустических и магнитных полей различной конфигурации в широком диапазоне давления и температуры, а также амплитуды и частоты сигнала. Среди них особо важное научное и практическое значение имеют жидкие кристаллы (ЖК) или мезогены и кремнийорганические соединения (КОС). Их свойства определяются размерами, расположением и свойствами молекулярных фрагментов нанометрового диапазона. Размер молекул низкомолекулярных ЖК от 0,5 нм (поперечный) до 2-3 нм продольный, КОС олигомеров и полимеров от единиц до сотен нм. На надмолекулярном уровне ЖК объединяются в нанокластеры, насчитывающие до 20 молекул, КОС в

растворах сворачиваются в клубки размером около 10 нм. Эти материалы применяются в различных электрооптических и оптоэлектронных устройствах, относящихся к инфокоммуникационным, микро- и наноэлектронным технологиям, в которых многие функциональные слои (электроды, ориентирующие слои, слои тонкопленочных транзисторов) также имеют нанометровые размеры.

Для исследований анизотропных жидкостей используются переменные магнитные и электрические поля. Блок-схема одной из установок приведена на рис.1.

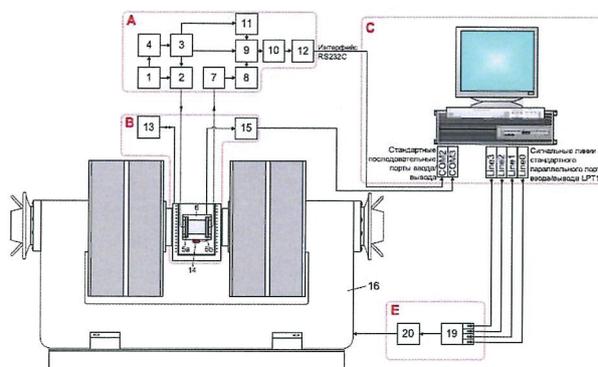


Рис. 1. Структурная схема установки для исследования ориентационных свойств в пульсирующем магнитном поле.

1. Установка для измерения акустических свойств жидкостей

Принцип действия установки основан на измерении скорости распространения и затухания акустического сигнала в исследуемой среде методом переменного расстояния и импульсно-фазового метода. Измеряются значения поглощения и скорости ультразвука в диапазоне температур от -40 до +100С и давления от 0 до 160 МПа при изменении частоты от 2 до 60 МГц. Погрешность измерения абсолютных значений коэффициента поглощения составляет до 4-5%, скорости ультразвука 0,5%. Для ЖК определяется также анизотропия этих параметров с точностью 1% и 0,01%, соответственно.

2. Установка для измерения диэлектрических свойств жидкостей

Измеряются значения действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости, а также электропроводности в диапазоне температур от -40 до +100С и давления от 0 до 60 МПа при изменении частоты от 1 Гц до 10 МГц. Погрешность измерения абсолютных значений диэлектрической проницаемости составляет от 0,05 до 0,15, электропроводности от 0,5% до 10%. Для ЖК определяется также анизотропия этих параметров.

Относительные погрешности измерения параметров ЖК в статическом, вращающемся и пульсирующем магнитных полях представлены в табл. 1.

Таблица 1. Погрешности измеряемых величин

параметр	статическое	вращающееся	пульсирующее
$\frac{\Delta\alpha}{f^2}$	3..4%	3..4%	2..7%
τ	4..7%	4..7%	10..13%
ϵ'	0,8%	0,8%	0,8%
ϵ''	7,1%	7,1%	7,1%

Из полученных данных рассчитываются характерные времена и размеры наноструктуры материалов (времена релаксации молекул в целом и их фрагментов,



корреляционные длины нанокластеров и т.п.). Разрабатываются методики измерения или оценки изменения параметров структуры других объектов нанотехнологии, например, суспензий или эмульсий наночастиц.

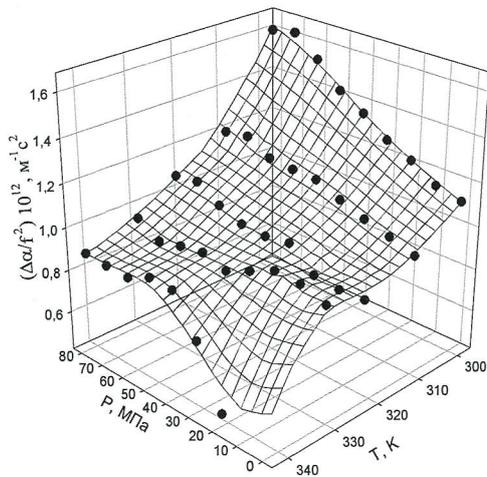


Рис.2. Зависимость коэффициента поглощения ультразвука $\Delta\alpha/f^2$ нематического ЖК от давления P и температуры при фиксированной частоте вращения магнитного поля

D15 МЕТОД АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В ИССЛЕДОВАНИИ СТРУКТУРЫ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ КЕРАМИКИ

И.Л. Дерягина^{1,2}, В.Р. Хрустов¹, С.Н. Паранин¹

¹Институт электрофизики УрО РАН, г. Екатеринбург, deryagina@mail.ru

²Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург

Применение конструкционной керамики востребовано в устройствах, детали которых должны обладать повышенными твердостью, прочностью, трещиностойкостью, сопротивлению ползучести и быть устойчивыми к воздействию температуры, агрессивных сред и абразивному истиранию. Прочностные характеристики керамики чувствительны к структурным неоднородностям, способным играть как положительную, так и отрицательную роль. Основные направления работ по упрочнению керамики – это: устранение макроскопических дефектов, которые становятся источниками зарождения трещин; разработка способов упрочнения за счет торможения роста трещин, возникающих в процессе эксплуатации; формирование субмикро- и нанокристаллической структуры керамики, т.к. функциональные свойства мелкозернистых материалов заметно выше, чем у крупнозернистых аналогов, поскольку с уменьшением размеров зерен растет доля их границ и тройных стыков, оказывающих влияние на прочность.

Новые методы получения тонкой керамики требуют особого контроля ее структуры для выявления причин возникновения структурных неоднородностей и для анализа их влияния на зарождение трещин. Такой контроль можно осуществлять методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). АСМ позволяет с высокой точностью оценить размеры зерен в трех измерениях, а также получить информацию о фазовой однородности материала, применяя сканирование в режимах сдвига фазы (Mag*Sin , Mag*Cos).

В серии исследований, проведенных на образцах высокопрочной керамики, полученных в ИЭФ УрО РАН, мы показали, что АСМ может успешно применяться для фрактографического и металлографического исследования керамики с мелкозернистой структурой. Исследования проводили на АСМ марки Solver P 47 в полуконтактном режиме с использованием зондов NSG10S с силовой константой 5,5–22,5 Н/м, резонансными частотами 290–310 кГц. Сканирование образца осуществляли в режимах Height (топология) и Mag*Cos (фазовый сдвиг). Параметры сканирования подбирали индивидуально для каждого скана с учетом степени шероховатости поверхности и с ориентировкой на получение максимально резкого изображения. Размер зерен оценивали по профилю сечения АСМ изображений. Для АСМ-фрактографии использовали свежие сколы керамики, а для АСМ-металлографии – полированные шлифы, которые перед исследованием подвергались термическому травлению для выявления границ зерен

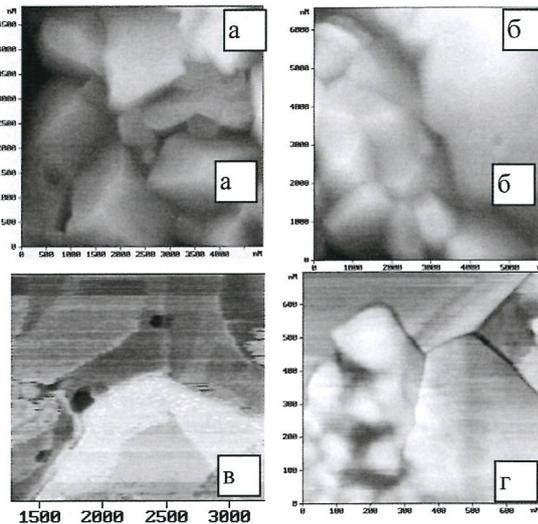


Рис. 1. АСМ-фрактография керамики Al_2O_3 : а – б: АСМ-рельеф; $P = 410$ МПа (а), $P = 170$ МПа (б); в – г: АСМ- Mag*Cos ; а – $P = 410$ МПа, г – $P = 500$ МПа

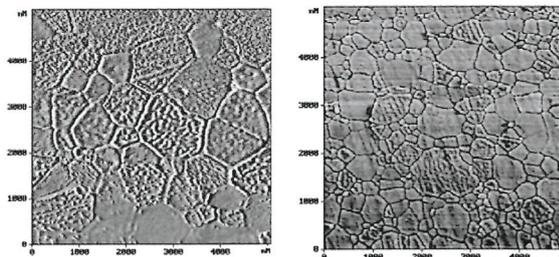


Рис. 2 АСМ-металлография керамики $\text{ZrO}_2 + \text{Sc}_2\text{O}_3$ (мол.%): а: 9,9 Sc_2O_3 , $t_{\text{снелк}} = 1305^\circ\text{C}$; б: 11,1 Sc_2O_3 , $t_{\text{снелк}} = 1205^\circ\text{C}$

В частности, АСМ-фрактографический анализ керамики, спеченной из композитной смеси ультрадисперсных порошков корунда $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и металлического алюминия, полученного методом электрического взрыва проволоки [1], позволил объяснить, почему снижение плотности компакта при уменьшении усилия прессования от 500 МПа до 170 МПа не привело к снижению плотности и твердости керамики [2]. В керамике из более плотных компактов (рис.1а) хрупкий излом прошел по межкристаллитным границам, и трещина распространялась по мелким (< 200 нм) зернам, расположенным между гранями крупных зерен. В этом типе керамики обнаружены также отдельные частицы (< 100 нм) недоокисленного алюминия (рис. 1в) и скопления на их

основе (рис. 1г). В керамиках из менее плотных компактов мелкие зерна Al_2O_3 и недоокисленного алюминия - концентраторы напряжений, снижающие прочность, отсутствовали (рис. 1б).

На рис. 2 приведены примеры АСМ-металлографии керамики на основе ZrO_2 с добавками Sc_2O_3 , образцы которой отличались концентрацией добавки и температурой спекания. Метод АСМ позволил получить информацию не только о форме и размерах зерен, предоставив возможность построения гистограмм распределения зерен по размерам, но и об особенностях поверхности зерен и состоянии межзеренных границ.

1. Котов Ю.А., Бекетов И.В., Медведев А.И., Тимошенко О.Р. // Российские нанотехнологии, 2009, т.4, № 5-6, с. 126-130.
2. Дерягина И.Л., Хрустов В.Р., Паранин С.Н., Бекетов И.В., Иванов В.В. // Перспективные материалы, 2011, в печати.

K23 МЕТОДОЛОГИЯ ТЕСТИРОВАНИЯ КАТАЛИТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Г.А. Бухтиярова

Институт катализа им. Г.К. Борескова,
г. Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева, 5
gab@catalysis.ru

Гетерогенные катализаторы находят широкое распространение в различных отраслях промышленности: около 90 % всех процессов протекает с их участием, выпуск продукции в различных отраслях насчитывает более 70000 наименований.

Современные катализаторы представляют собой сложные наноструктурированные системы со строго регулируемыми свойствами. Ценность катализатора определяется его эксплуатационными свойствами, позволяющими получать более качественный продукт наиболее экономным способом.

Основными эксплуатационными характеристиками каталитических материалов, определяющими эффективность и рентабельность каталитического процесса, являются активность, селективность и стабильность. На практике применяются различные способы выражения активности катализаторов: скорость реакции; константа скорости; конверсия; время или температура, необходимые для достижения заданной конверсии; энергия активации и т.д. Химическая реакция протекает на поверхности катализатора, но при тестировании катализаторов необходимо учитывать влияние сопутствующих физических процессов, таких, как диффузия реагентов к поверхности катализатора (внешняя диффузия) и в порах катализатора к активному центру (внутренняя диффузия), адсорбция реагентов и десорбция продуктов, диффузия продуктов, на скорость протекания реакции и на селективность превращения реагентов.

Данные о каталитической активности служат основой для разработки новых и усовершенствования существующих катализаторов и каталитических процессов. При выборе метода определения активности катализатора, прежде всего, необходимо сформулировать, какого рода информацию требуется получить. На разных этапах жизненного цикла катализатора (от его разработки до использования в промышленном масштабе) возникают различные задачи: сравнение активности различных центров, гранул катализатора, оптимизация условий эксплуатации в промышленном масштабе, моделирование химических процессов и реакторов, исследование механизмов дезактивации, контроль качества промышленных образцов и т.д.

Для получения достоверных и воспроизводимых результатов определяющую роль играет выбор реактора и условий его эксплуатации, так как именно этим обусловлены основные источники ошибок при тестировании катализаторов. Ошибки, связанные непосредственно с проведением эксперимента (дозированием реагентов, анализом продуктов) сведены к минимуму при существующем уровне развития техники.

В докладе будут рассмотрены различные классификации существующих лабораторных реакторов, сформулированы общие требования к проведению испытаний в реакторах лабораторного масштаба, описаны теоретические и экспериментальные критерии для определения режимов протекания каталитической реакции в наиболее часто применяемых типах реакторов. На примере отдельных реакций рассмотрены критерии выбора лабораторного реактора для тестирования гетерогенных катализаторов в реакциях с участием газовых и жидких реагентов, проанализированы различные способы сравнения каталитических свойств и наиболее распространенные ошибки, возникающие при сравнении каталитических свойств различных материалов.

Будут кратко рассмотрены различные подходы к сравнению стабильности катализаторов и современные тенденции в развитии методов тестирования катализаторов.

Несмотря на актуальность тестирования катализаторов для разработки новых катализаторов и каталитических процессов, в настоящее время практически отсутствуют унифицированные методики их тестирования. Более того, в России отсутствуют нормативные документы, устанавливающие единую терминологию при разработке, создании и применении катализаторов. В сложившейся ситуации разработчики, производители и потребители катализаторов используют самостоятельно разработанные методики, зачастую сильно отличающиеся между собой. Эта ситуация не является исключительной для России. При всем многообразии каталитических процессов стандарт ASTM, регламентирующий тестирование активности катализаторов, разработан лишь для определения активности и селективности катализаторов каталитического крекинга (D3907).

Исследование активности катализаторов является неотъемлемой частью любого проекта по усовершенствованию существующих и разработке новых катализаторов и каталитических процессов; а правильная формулировка целей исследования, выбор реактора и условий проведения реакции позволяет сократить время и расходы на выполнение проекта и минимизировать риски от результатов его внедрения.

Разработка и широкое внедрение унифицированных методов исследования каталитических материалов для промышленно важных каталитических процессов является насущной проблемой, которая может быть решена совместными усилиями представителей научной и производственной сферы при поддержке и координации государственными структурами.



D16 РАЗМЕРНЫЙ ЭФФЕКТ ПРИ ОКИСЛЕНИИ НАНОЧАСТИЦ ПЛАТИНЫ НА ГРАФИТЕ ДИОКСИДОМ АЗОТА. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РФЭС И СТМ

А.В. Калинин, А.М. Сорокин, М.Ю. Смирнов, В.И. Бухтияров

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5, 630090
Россия
avkalinkin@mail.ru

Известно, что сочетание спектральных и структурных методов для исследования нанообъектов даёт наиболее полную информацию об их составе, строении и свойствах. В данной работе с использованием методов рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) исследованы модельные образцы, полученные вакуумным напылением наночастиц платины на поверхность высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ). Такие системы обычно рассматриваются как двумерный аналог массивных пористых нанесённых металлических катализаторов. Их применение позволяет существенно расширить возможности методики для изучения состояния активного компонента, носителя и различных аспектов взаимодействия металл-носитель для реальных катализаторов. Эксперименты проводились на РФЭС-спектрометре SPECS (Германия) с использованием монохроматизированного излучения Al K α и сканирующем туннельном микроскопе GPI-300.2. Приготовленные образцы Pt/ВОПГ исследовались в реакции с NO $_2$ при давлении 3 $\times 10^{-6}$ мбар при комнатной температуре. Известно, что NO $_2$ является высокоэффективным источником кислорода, способным формировать адсорбированный кислород O $_{адс}$ и оксиды при взаимодействии с платиновыми металлами, а также с серебром и золотом. В работе показано, что при взаимодействии NO $_2$ с образцами Pt/ВОПГ наблюдается размерный эффект. Для образца, содержащего частицы платины малого размера, D = 2 нм, происходит их эффективное окисление с образованием оксидов Pt(II) и Pt(IV), о чём свидетельствуют соответствующие изменения в районе Pt 4f. Напротив, образец, содержащий относительно крупные частицы Pt, D = 8 нм, в этих условиях не окисляется. Предполагается, что наблюдаемые отличия обусловлены большей долей низкокоординированных атомов для частиц платины малого размера. Также в работе исследованы особенности формирования Pt частиц на графите и их роль в окислении самого графита. Отдельно изучено взаимодействие NO $_2$ с чистой поверхностью ВОПГ с целью сопоставления с данными для модельных образцов. Представленные результаты могут служить объяснением появления размерного эффекта в катализе с участием нанесённых металлических катализаторов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 10-03-00596.

D17 МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОИЗВОДСТВА ЭЛЕМЕНТОВ СВЧ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ КЕРАМИКИ

В.Ф. Матвейчук¹, С.Н. Сибирцев¹, Е.А. Ненашева²

¹Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт метрологии, г. Новосибирск, проспект Димитрова, 4
matveichuk@sniim.nsk.ru,
²ООО «Керамика», г. Санкт-Петербург

Одним из проектов, который планируется осуществить в РОСНАНО является проект «Расширение производства элементов электронной техники с заранее заданными параметрами на основе наноструктурированной керамики», в котором ФГУП «СНИИМ» отвечает за метрологическое обеспечение.

Разработанные в последние годы в России наноструктурированные сегнетоэлектрические материалы существенно превосходят мировой уровень по сочетанию основных электрических параметров - высокой управляемости диэлектрических характеристик и сравнительно малых диэлектрических потерь. Это является базой для создания микроволновых управляемых элементов и устройств нового поколения для массового применения в телекоммуникационных, радиолокационных и других системах различного уровня мощности.

Целью проекта является создание производства новых наноструктурированных линейных и нелинейных керамических материалов с улучшенными электрофизическими характеристиками, в частности, сегнетокерамики с высокой управляемостью электрическим полем и минимальными диэлектрическими потерями в широком диапазоне частот, а также разработка и создание производства на ее основе нового класса микроволновых устройств - варикондов; фазовращателей; адаптивных антенных согласующих модулей, а также перестраиваемых фильтров, линий задержки, генераторов и др. для применения в телекоммуникационных и радиолокационных системах различного уровня мощности с выходом на мировые рынки.

Роль нанотехнологий в проекте сводится, в основном, к:

- контролируемому вводу нанодисперсных добавок в керамические композиции для управления их электрическими параметрами,
- формированию наномасштабных элементов в микроструктуре получаемой сегнетоэлектрической керамики (нанооболочки),
- разработке технологии изготовления пленочных диэлектриков, в том числе сегнетоэлектриков, (толщина порядка 100 нм).

В 2010 году ФГУП «СНИИМ» в рамках подготовки к реализации проекта разработал методику измерений диэлектрических свойств наноструктурированных материалов на сверхвысоких частотах, которая зарегистрирована в государственном реестре МИ ФР.1.34.2010.08915. Документ устанавливает методику измерений комплексной относительной диэлектрической проницаемости (ϵ , tg δ) и температурных коэффициентов относительной диэлектрической проницаемости (TK ϵ) наноструктурированных материалов на СВЧ в двух режимах:

- при воздействии на испытываемые образцы из наноструктурированных материалов отрицательных и положительных температур от минус 40°C до плюс 100°C;
- при одновременном воздействии на испытываемые образцы из наноструктурированных материалов

положительных и отрицательных температур и высокого постоянного электрического напряжения до 6 кВ.

Частоты, на которых производят измерения зависят от геометрических размеров испытываемых наноструктурированных образцов и их электромагнитных свойств и могут находиться в частотном диапазоне от 1 до 40 ГГц.

Для реализации методики использован метод волноводно-диэлектрического резонатора, рекомендованный МЭК [1], на основе радиальной линии, при котором используется электромагнитная система, состоящая из двух плоскопараллельных проводящих пластин, между которыми помещается испытываемый образец. Значения ϵ и $tg\delta$ образца получают путем измерений значений резонансной частоты f_0 и нагруженной добротности Q_H для $H_{0\text{дн}}$ типов колебаний диэлектрического резонатора, и дальнейшем расчете параметров материала. Метрологические параметры методики измерений оценивались по международным требованиям [2].

Литература

- IEC 61338-1-3. Waveguide type dielectric resonators. Pt. 1-3: General information and test conditions – Measurement method of complex relative permittivity for dielectric resonator materials at microwave frequency. – 1999.
- «Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement» published by the International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, 1st edition 1993.

Д18 РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ

Г.В. Шувалов¹, А.П. Ильин², И.В. Клековкин¹

¹ФГУП СНИИМ, г. Новосибирск, пр-т Димитрова, 4
shuvalov@sniim.nsk.ru

²ГОУ ВПО ТПУ, г. Томск

Одним из наиболее широко распространенных наноматериалов являются нанопорошки (НП) металлов, которые производятся в больших масштабах и находят применение в самых различных областях техники и технологии: в составе ракетных топлив, реагентов в органическом и неорганическом синтезе, в водородной энергетике и т.д.

Успешное использование нанопорошков металлов в различных областях техники и технологии обуславливает наличие подробных сведений об их физико-химических характеристиках. В этой связи актуальным является создание метрологического комплекса для обеспечения единства измерений термодимических свойств нанопорошков металлов, в том числе:

- температуры начала окисления – до 600°С;
- степени окисленности – до 50 %;
- теплового эффекта реакции - 6000 кДж/кг.

Создание метрологического комплекса обеспечения единства измерений термодимических свойств нанопорошков металлов включает разработку методов и средств измерений, а также государственных стандартных образцов термодимических свойств нанопорошков металлов.

Для этого были решены следующие задачи:

- проведен анализ свойств нанопорошков металлов и выбран материал для изготовления СО;

- разработаны методики измерений температуры начала окисления, степени окисленности, теплового эффекта окисления;

- разработаны, исследованы и созданы государственные стандартные образцы температуры начала окисления, степени окисленности, теплового эффекта окисления нанопорошков металлов.

В работе использовались нанопорошки металлов, получаемые методом электрического взрыва проводников (ЭВП). Благодаря этому электровзрывные НП обладают рядом отличий в сравнении с НП, полученными другими способами. Такие НП имеют сферическую форму частиц, устойчивы к окислению и спеканию при комнатной температуре, их характеризует высокая диффузионная активность при нагревании, связанная с особыми теплофизическими свойствами НП.

Для оценки термодимических свойств и характеристик нанопорошков металлов использовался комплекс методов термического анализа - дифференциальный термический анализ (ДТА) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).

По данным ДТА и ДСК рассчитывались параметры химической активности исходных нанопорошков и их смесей: температура начала окисления (Тн.о., °С), степень окисленности (α , %), максимальную скорость окисления (V_{max} , %мас./с) и тепловой эффект окисления (ΔH), которые являются наиболее типичными параметрами для входного контроля нанопорошков на производстве и исходными данными для осуществления процесса синтеза нанопорошков и продукции на их основе. Для оценки безопасности обращения с нанопорошками их наиболее значимой характеристикой является Тн.о., затем V_{max} и т. д. Параметры определяют также технологические свойства нанопорошков.

В работе в качестве эталонного прибора использовался термоанализатор SDT Q600, измерения в соответствии с методикой измерений проводили в режиме линейного нагрева в интервале 20...1000 °С со скоростью нагрева 10 град./мин в атмосфере воздуха.

В результате проведенных экспериментальных работ было создано метрологическое обеспечение измерений термодимических параметров нанопорошков металлов в виде:

- метрологического комплекса измерений температуры начала окисления, степени окисленности, теплового эффекта реакции нанопорошков металлов на базе совмещенного ТГА/ДСК/ДТА анализатора SDT Q600;
- методик измерений температуры начала окисления, степени окисленности, теплового эффекта реакции нанопорошков металлов;
- государственных стандартных образцов температуры начала окисления, степени окисленности, теплового эффекта реакции нанопорошков металлов.

D19 XAFS- СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ МАССИВОВ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК

С.Б. Эренбург

Институт Неорганической химии СО РАН,
Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева 3
simon@niic.nsc.ru

Определение структурных и электронных характеристик квантовых точек (КТ), а также «связанных» ансамблей, или массивов, из квантовых точек (МКТ) позволит стабилизировать или сознательно менять форму и размеры КТ, задавая и меняя условия синтеза.

Для всех КТ упругие деформации на границах раздела, локальные искажения структуры могут приводить к изменениям в энергетическом спектре на величины порядка 0.1 эВ, что сравнимо с энергией размерного квантования носителей заряда в КТ. Такие деформации существенно зависят от поверхностной и межфазной диффузии, которые определяются условиями приготовления и могут существенно отличаться для изолированных КТ и МКТ, в частности, для структур с вертикально-сопряженными КТ.

Локальные искажения структуры в тонких слоях и нанокластерах, во многих случаях, не могут быть определены традиционными методами рентгеноструктурного анализа или электронно-дифракционными методами из-за отсутствия дальнего порядка упорядочения в подобных системах. Методы EXAFS (extended X-ray absorption fine structure) и XANES (X-ray absorption near-edge structure) спектроскопии, использующие мощные источники непрерывного рентгеновского спектра, предоставляют уникальную возможность для решения подобных задач. Эти методы позволяют определять параметры локального окружения атомов: межатомные расстояния, координационные числа, симметрию окружения и типы атомов окружения, факторы Дебая-Уоллера, определять сдвиги электронных уровней и оценивать зарядовые состояния атомов.

За последние десять лет выполнено несколько десятков работ с использованием XAFS спектроскопии для исследования параметров микроструктуры различных полупроводниковых систем, содержащих КТ и тонкие слои. Существенная часть этих исследований выполнена впервые и с участием авторов настоящей работы [1-4]. Так, с использованием синхротронного излучения (СИ) накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН и канала DUBBLE Европейского Центра СИ (ESRF) методами EXAFS и XANES спектроскопии определены параметры микроструктуры (межатомные расстояния, координационные числа и их анизотропия) для систем с квантовыми точками: Ge/Si, A_3B_5 (GaN/AlN, InAs/AlAs), полученных методом молекулярно-лучевой эпитаксии [1-4]. Установлена связь изменений этих параметров с морфологией КТ, предложены адекватные структурные модели, установлено уменьшение межатомных расстояний в тонких пленках и структурах с квантовыми точками по сравнению с кристаллическими веществами [1-4]. Кроме того, обнаружено существенное влияние температуры подложки в процессе нанесения КТ и блокирующих слоев, влияние длительности прогрева на межфазную диффузию и состав КТ [2,3]. Исследовано влияние эффективной толщины основных: Ge, GaN, InAs и промежуточных (барьерных): Si, AlN, AlAs слоев, числа слоев в «сэндвиче», а также условий приготовления [3-4] на микроструктуру КТ и на возможность формирования трехмерных МКТ (структур с вертикально-сопряженными КТ).

Методом XAFS- спектроскопии исследован ряд образцов, полученных методом Ленгмюра-Блоджетт (ЛБ) и содержащих

CdS и Cu_xS нанокластеры (КТ). В качестве подложек использовались полированные пластины кремния и стекла, на которые на первом этапе синтеза наносили различное количество (50 – 300) монослоев бегената кадмия (меди).

Установлено некоторое увеличение межатомных расстояния Cd-S и Cu-S при увеличении температуры отжига образцов, что для CdS коррелирует с со сдвигом максимума полосы фотолюминесценции. Для образцов, содержащих нанокластеры CdS в матрице бегеновой кислоты, обнаружено уменьшение координационного числа N(Cd-S), определенного при повороте вектора поляризации СИ в перпендикулярное поверхности образца направление, что может быть обусловлено анизотропией формы нанокластеров CdS, образующихся в матрице пленки на первых этапах приготовления.

При моделировании CuK EXAFS спектров образцов CuS на кремнии в первой сфере окружения меди обнаружено присутствие атомов подложки. Присутствия атомов кремния в первой сфере окружения Cd для образцов CdS на кремнии не обнаружено.

1. Эренбург С.Б., Бауск Н.В., Ненашев А.В. и др. // Журн. Структур. Химии. – 2000. – **41**, № 5. – С. 890-895.
2. Erenburg Simon, Bausk Nikolai, Mazalov Lev. Et al. // J. Synchrotron Rad. – 2003. – **10**. – P. 380-383.
3. Эренбург С.Б., Бауск Н.В., Двуреченский А.В. и др. // Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2007, № 1. - С. 31 - 40.
4. S.B.Erenburg, S.V.Trubina, N.V.Bausk, A.V. Dvurechenskii, A.I. Nikiforov, V.G.Mansurov, K.S.Zhuravlev, S.G.Nikitenko. Journal of Physics: Conference Series, **190**, (2009) 012131, doi:10.1088/1742-6596/190/1/012131.

D20 ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ОРГАНОЗОЛЕЙ МЕТОДАМИ НЕВОДНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА И ФОТОН – КОРРЕЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

П.С. Поповецкий

Институт неорганической химии
им. А. В. Николаева СО РАН, Новосибирск
pavel-chem@yandex.ru

В настоящее время во многих областях науки и производства большой интерес уделяется наноразмерным объектам. Наночастицы используют как катализаторы, сорбенты, присадки к топливу и маслам, бактерицидные добавки. Основной причиной широкого использования наночастиц является их высокая сорбционная активность. Например, в аналитической химии взаимодействие наночастиц металлов с аналитом способно значительно усиливать чувствительность многих методов анализа (флуоресцентная, люминесцентная и рамановская спектроскопия). Определяющими факторами, влияющими на возможности применения наночастиц в той или иной области, являются размер, поверхностный заряд (потенциал) и химическая природа поверхностного слоя наночастицы.

Отметим, что большинство современных методов характеристики наноразмерных объектов неприменимы для неполярных сред. А это важный и широкий класс соединений. Целью данной работы являлась разработка методик характеристики (определение размера, структуры адсорбционного слоя и электрокинетического потенциала) нано- и микрочастиц различной природы в неполярных растворителях и их смесях.

Разработан простой фотометрический метод определения электрофоретической подвижности нано- и микрочастиц в обратных мицеллах и в растворителях с низкой диэлектрической проницаемостью (2-5). По сравнению с известными методами (PALS, LDE и других), используемых в современных приборах компаний Malvern Instruments, Brookhaven Instruments и Beckman Coulter, предложенный метод дает возможность определять электрофоретическую подвижность наночастиц, размер которых меньше 5 нм. На рисунке 1 приведена схема предложенной фотометрической методики и полученные экспериментальные данные.

Определен электрокинетический потенциал ряда модельных нано- и микрочастиц: Ag (70 ± 2 мВ), SiO₂ (-73 ± 8 мВ), KNO₃ (30 ± 5 мВ), фуллерена (0 мВ) и образцов окисленных углеродных нанотрубок (от 0 до 47 мВ) в мицеллах АОТ в декане и в смеси декан-CHCl₃. Продемонстрирована возможность использования наночастиц в качестве строительных блоков для образования электростатически связанных агрегатов типа Ag(+)-SiO₂(-) и Ag(+)-KNO₃(+), в которых наночастицы серебра сохраняют свойства «квантовых» точек.

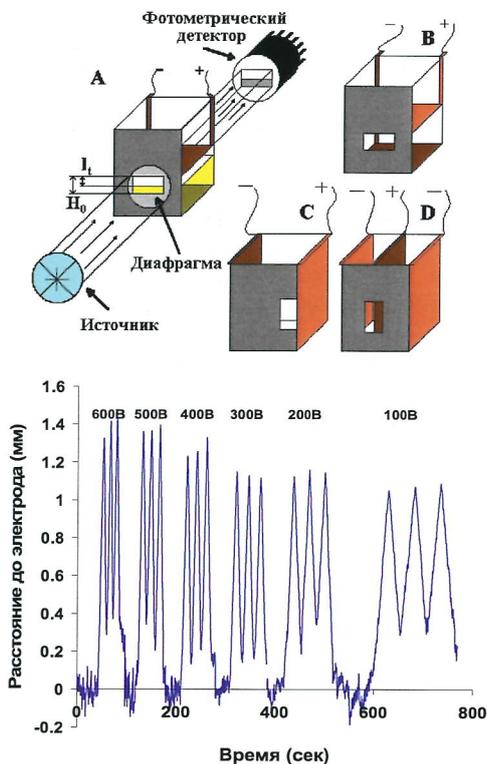


Рисунок 1: Схема предложенной фотометрической методики (А) и различные варианты ориентации электродов (С-Д) (слева), экспериментальные кривые зависимости расстояния от частиц до электрода от времени для различного напряжения прикладываемого поля (справа).

Методом фотон - корреляционной спектроскопии (ФКС) показана возможность определения размеров мицелл АОТ с наночастицами серебра на фоне большого числа «пустых» мицелл с использованием как мономодального приближения, так и полимодального анализа. В исследованном диапазоне концентраций серебра (до 1,25 ммоль/л) доля мицелл с наночастицами не превышает 10⁻⁴%, однако мицеллы с наночастицами вносят существенный вклад в общее светорассеяние вследствие

больших размеров и показателя преломления. Варьированием концентрации АОТ и наночастиц серебра в декане установлено, что мицеллы с наночастицами в растворе покрыты слоем адсорбированных мицелл, толщина которого зависит от содержания ПАВ в системе. Полученные результаты сопоставлены с данными просвечивающей электронной спектроскопии.

Таким образом, получены наночастицы серебра как в «свободном» состоянии (стабильные органозоли), так и в зафиксированном на подложке (порошки-сорбенты). Предложены новые методы характеристики наночастиц в неполярных средах, позволяющие оценить размер, заряд, толщину и структуру адсорбционного слоя.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, код проекта 09-03-00511.

K24 НАНОЧАСТИЦЫ, ИХ РАЗМЕР И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ

О.В. Карпов

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
(ФГУП ВНИИФТРИ)
mera@vniiftri.ru

Квантовый характер нанотехнологических процессов делает их в высшей степени зависимыми от «чистоты» исходных материалов и технологических сред. Это стимулирует развитие методов и средств измерения, в частности методов контроля физико-химического и дисперсного состава технологических сред в широком диапазоне параметров. Дисперсные характеристики среды это набор параметров, количественно характеризующих степень «измельчения» твердых или жидких тел в среде, а также их активность в технологическом процессе [1]. Важность их использования для характеристики наночастиц будет показана на примерах электронной и пищевой промышленности, а также на примере экологического мониторинга транспортных магистралей.

К основным дисперсным характеристикам системы следует отнести:

- «размер» частиц системы (в единицах длины);
 - счётную концентрацию частиц (в количестве частиц на единицу объёма);
 - удельную площадь поверхности частиц (в единицах площади на единицу объёма);
 - объёмную концентрацию частиц (в единицах объёма частиц на единицу объёма);
 - массовую концентрацию частиц (в единицах массы частиц на единицу объёма);
 - форму и строение частиц.
- Отметим, что дополнительные параметры, такие как, химический или биологический состав в некоторых случаях приобретают роль доминирующих факторов [2].

Далее мы будем рассматривать размер наночастиц и методы его измерения. Под наночастицами будем понимать частицы, размер которых менее 100 нм. Основной проблемой при измерении размера частиц является выбор минимального количества числовых параметров (лучше всего одного), который характеризовал бы их размер. Понимание

этого вопроса, является основой понимания результатов, получаемых различными методами анализа частиц.

В настоящее время существует несколько стандартных методов измерения размера наночастиц:

- на основе лазерной дифракции, диапазон измерения размера наночастицы от 100 мкм до 50 нм [3];
- малоуглового рассеяния рентгеновского излучения, диапазон от 10 нм до 0,1 нм [4];
- динамического рассеяния света, диапазон от 5 мкм до 3 нм [5];
- дифференциальной электрической подвижности наночастиц, диапазон от 1 мкм до 7 нм [6].

Также развиваются и внедряются новые методы, например метод диффузионной спектроскопии [7]. Ниже дан краткий анализ наиболее распространенных методов.

Метод измерения размера наночастиц на основе явления рассеяния электромагнитного излучения [3] основан на измерении индикатрисы рассеяния, т. е. зависимости интенсивности рассеянного излучения от угла рассеяния плоской монохроматической электромагнитной волны на ансамбле частиц аэрозоля или взвеси [8]. Рассеянное излучение измеряют многоэлементным фотоприемным устройством в широком диапазоне углов. Затем, решая обратную задачу рассеяния в рамках определенных модельных предположений, находят функции распределения частиц по размерам, их средний размер и концентрацию.

Метод малоуглового рентгеновского рассеяния [4] применяется для определения морфологии полимеров, коллоидов, наночастиц. Распространенным способом получения рентгеновского излучения являются все известные рентгеновские трубки. Однако рентгеновские трубки не обеспечивают изменение энергии в широком диапазоне, необходимом для исследования неупругих процессов. Интенсивность таких источников также крайне мала. Значительный прогресс в этой области стал возможным с широким развитием и применением синхротронных источников. Однако синхротрон является весьма сложным и дорогостоящим прибором и целесообразность его применение необходимо каждый раз тщательно рассмотреть.

Метод измерения параметров наночастиц на основе динамического рассеяния света [5]. Этот метод позволяет найти коэффициент диффузии наночастиц в жидкости путем анализа характерного времени флуктуаций интенсивности рассеянного света. Далее по коэффициенту диффузии рассчитывают радиус наночастиц.

Метод измерения параметров наночастиц на основе метода «дифференциальной электрической подвижности частиц аэрозоля» [6]. Дисперсный состав газовых сред измеряют с помощью дифференциального анализатора подвижности, в котором приложенное электростатическое поле меняет траекторию заряженных частиц и, тем самым, осуществляется их сепарация по размерам.

Метод измерения параметров наночастиц на основе диффузионной спектроскопии. Суть метода состоит в определении коэффициента диффузии частиц по измеренному значению коэффициента проскока частиц через диффузионную батарею. По найденному значению коэффициента диффузии оценивают размер частиц по формуле Каннингема–Миллекена [9].

На лекции также будут рассмотрены методы измерения размера наночастиц на основе электронной и атомно-силовой микроскопии [10-12].

ЛИТЕРАТУРА

1. Малая Советская энциклопедия, т.2, с. 1054, М. 1958.
2. Балаханов М.В., Лесников Е.В. - Запыленность воздуха рабочей зоны, гл.2. Энциклопедия «Экометрия». Контроль физических факторов производственной среды, опасных для человека с. 26 – 56, М.: ИПК Издательство стандартов, 2002 г.
3. ISO 13320 - стандарт ИСО «Particle size analysis. Laser diffraction methods. Part 1: General principles».
4. ISO/TS 13762 - стандарт ИСО «Particle size analysis. Small angle X-ray scattering method».
5. ISO/CD 22412 - стандарт ИСО «Particle size analysis. Dynamic light scattering (DLS)».
6. ISO/AWI 15900 - стандарт ИСО «Determination of particle size distribution. Differential electrical mobility analysis for aerosol particles».
7. Julanov Yu. V., Lushnikov A. A., Zagaynov V. A. // Atmospheric Res. 2002. V. 62. Iss. 3. P. 295.
8. Шифрин К.С., Колмаков И. Б. Вычисление спектра размеров частиц по текущим и интегральным значениям индикатрисы в области малых углов Изв. АН СССР, Физика атмосферы и океана, 1967, т.3, № 12, с.1271 – 1279.
9. Knutson, Earl O., History of Diffusion Batteries in Aerosol Measurements, Aerosol Science and Technology. 2007. Vol. 31. No. 2. pp. 83 – 128.
10. Хокс П., Электронная оптика и электронная микроскопия, пер. с англ., М., 1974;
11. Спивак Г. В., Сапарин Г. В., Быков М. В., Растровая электронная микроскопия, «Успехи физических наук», т. 99, в. 4, 1969.
12. Миронов В.Л.. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М., Мир, 2004.
13. Simmons J.G., Generalized formula for the electronic tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film, J. Appl. Phys., - v. 34, - pp. 1793-1803, 1963.
14. Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Theory, Techniques, and Applications Ed. Dawn Bonnell Wiley-VCH; 2nd edition, 2000.

K25 ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛИТИЙ-ИОННЫХ АККУМУЛЯТОРОВ

Н.В. Косова

Институт химии твердого тела и механохимии
СО РАН,
ул. Кутателадзе 18, г. Новосибирск, 630128
kosova@solid.nsc.ru

Литий-ионные аккумуляторы (ЛИА) – интенсивно развивающееся направление автономной энергетики. По своим эксплуатационным характеристикам (удельная энергия, срок службы) они намного превосходят все другие виды аккумуляторов, что обеспечило их применение в различных беспроводных электронных устройствах, включая мобильные телефоны, персональные компьютеры и т.п. Распространение ЛИА в новые области, прежде всего, в современный электротранспорт, требует дальнейшего увеличения их емкостных и мощностных характеристик, снижения скорости деградации при циклировании и хранении.

В качестве электродных материалов для ЛИА применяют соединения со слоистой, шпинельной и каркасной структурой, способные обратимо интеркалировать (внедрять) ионы лития.

Отрицательные электроды современных ЛИА изготавливают из графита, в который при заряде аккумулятора внедряется литий, а положительные электроды – из литированных оксидов переходных металлов, в частности, из LiCoO_2 со слоистой структурой. Преимуществами LiCoO_2 являются высокий рабочий потенциал (4В), относительная простота синтеза, высокая электронно-ионная проводимость, что способствует циклированию при больших плотностях тока, и др. Недостатки LiCoO_2 заключаются в дороговизне кобальтового сырья, токсичности, невысокой практической удельной емкости (~½ от теоретической), недостаточной термической и структурной устойчивости при циклировании, побочными реакциями с электролитом и др. В последние годы широкий интерес получили твердые растворы со слоистой структурой: $\text{LiNi}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_2$, $\text{LiNi}_{1-y}\text{Mn}_y\text{O}_2$ и $\text{LiNi}_{1-x-y}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$, практическая емкость которых почти в 1,5 раза превосходит емкость LiCoO_2 .

Другой класс катодных материалов для ЛИА составляют оксиды со шпинельной структурой. Основной его представитель – литий-марганцевая шпинель LiMn_2O_4 . Недостатками LiMn_2O_4 является неспособность циклировать при высоких скоростях заряда-разряда вследствие недостаточно высокой электропроводности, заметная растворимость марганца в электролите, структурная неустойчивость при напряжениях ниже 3В вследствие кооперативного эффекта Яна-Теллера и др. В 1999 г. был открыт новый класс 5В катодных материалов на основе замещенной шпинели: $\text{LiM}_{0,5}\text{Mn}_{1,5}\text{O}_4$ ($V=\text{Ni}, \text{Cu}, \text{Fe}$) и LiMMnO_4 ($M=\text{Co}, \text{Cr}$). Показано, что на их зарядно-разрядных кривых появляется плато в области 4,7В вместо 4В плато в случае LiMn_2O_4 .

В последние годы большой интерес уделяется исследованию катодных материалов с каркасной структурой на основе соединений лития и переходных металлов ($\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Co}, \text{Ni}$ и др.) с полианионами $(\text{PO}_4)^{3-}$, $(\text{SiO}_4)^{2-}$, $(\text{SO}_4)^{2-}$ и $(\text{AsO}_4)^{3-}$. Наиболее перспективным соединением этого класса является LiFePO_4 со структурой оливина. LiFePO_4 характеризуется высоким разрядным напряжением (3,4В), электрохимической емкостью ~170 мА·ч/г, структурной и химической устойчивостью при циклировании, но чрезвычайно низкой электронной и Li-ионной проводимостью. Данный недостаток преодолевается путем синтеза LiFePO_4 в наноразмерном состоянии и модификации поверхности электропроводящими соединениями для снабжения решетки LiFePO_4 электронами без блокирования доступа ионов лития.

Уменьшение размеров частиц катодных материалов до наноразмера увеличивает поверхность контакта электрод/электролит и способствует уменьшению диффузионных путей для ионов лития в твердой фазе по сравнению с материалами микронных размеров, что приводит к ускорению ионного транспорта и, соответственно, процессов заряда-разряда в аккумуляторах. Меньшие по размеру частицы обладают лучшей адаптируемостью к объемным изменениям в ходе внедрения/экстракции ионов лития, что способствует повышению структурной стабильности катодных материалов. С увеличением дисперсности наблюдается повышение электрохимической емкости в связи с увеличением коэффициента использования активных масс в процессах заряда-разряда.

Исследование свойств электродных материалов для ЛИА проводят комплексом современных физико-химических методов, включая методы исследования кристаллической (РФА) и локальной структуры (ИК, КР, ЯМР, ЭПР, Мессбауэровская спектроскопия), размера и морфологии частиц (сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, БЭТ, гранулометрия), химического и фазового состава поверхности частиц (РФЭС) и др. Проводящие и электрохимические свойства изучают методом комплексного импеданса и гальваностатического циклирования. Новые подходы связаны с применением *in situ* дифрактометрии и

XAFS с использованием синхротронного излучения для исследования механизма реакций при заряде-разряде, протекающих с изменением фазового состава, кристаллической и электронной структуры электродных материалов.

Д21 ИЗМЕРЕНИЕ ПОЛЯРИЗАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК БИОЛОГИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ДИСПЕРСНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

В.Ф. Матвейчук¹, Г.В. Шувалов¹, В.М. Генералов², М.В. Кручинина²

¹ФГУП СНИИМ, Новосибирск, пр-т Димитрова, 4
shuvalov@sniim.nsk.ru

²ГНЦ ВБ «Вектор», г. Новосибирск

Все наноматериалы и продукция nanoиндустрии относится к потенциально опасным для здоровья людей и окружающей среды. Это связано с высокой активностью вещества в наносостоянии вследствие чрезвычайно малых размеров отдельных структурных элементов или большой удельной поверхности наноматериала. Поэтому актуальны работы направленные как на оценку токсических свойств нанопродукции, так и методов выявления наноматериалов в различной продукции, включая и биологические объекты.

В настоящей работе описаны метод и аппаратура, которые могут использоваться для обнаружения нанопорошков в биологических объектах. Метод основан на определении электрических характеристик (диэлектрической восприимчивости) биологических частиц в переменном неоднородном электрическом поле.

Диэлектрическая восприимчивость отражает способность частицы приобретать индуцированный дипольный момент в электрическом поле E . В этой связи амплитудно-частотная зависимость величины диэлектрической восприимчивости биочастиц может нести информацию об особенностях ее строения, например, структуру клеток крови, бактерий, белков, ДНК, микроорганизмов и др.

Если использовать клетку в качестве тест - объекта, то данный метод позволяет также исследовать влияние наночастиц на структуру и функцию клетки, при этом, по поведению клеток можно судить о присутствии или негативном воздействии наночастиц.

В неоднородном электрическом поле E на y действует сила $\vec{F}_{эл}$:

$$F_{эл} = p_c \cdot \frac{\partial E}{\partial \ell} \quad (1)$$

С учетом объема частицы V_c получаем выражение

$$F_{эл} = V_c \varepsilon_0 \chi_c E \frac{\partial E}{\partial \ell} \quad (2)$$

Если частица будет находиться в среде с диэлектрической восприимчивостью χ_c , то ее полярный момент будет определяться с учетом диэлектрических свойств среды:

$$F_{эл} = V_c \varepsilon_0 (\chi_c - \chi_c) E \frac{\partial E}{\partial \ell} \quad (3)$$

В данном выражении влияние окружающей среды (жидкость - клеточная суспензия раствора 0,3 М сахарозы) учтено коэффициентом восприимчивости χ_c .

Если обозначить $\chi_{э} = (\chi_c - \chi_c)$ как эффективную диэлектрическую восприимчивость, то (2) можно переписать в виде: $F_{эл} = V_c \varepsilon_0 \chi_{э} E \frac{\partial E}{\partial \ell}$.

Под действием силы частица поступательно движется в растворе со скоростью v и испытывает силу трения F_{st}

$$F_{st} = 6 \pi \eta_W v r, \quad (4)$$

где η - вязкость жидкости.

В установившемся режиме выполняется условие равновесия силы $F_{st} = F_{эл}$

$$V_{ч} \varepsilon_0 \chi_э E \frac{\partial E}{\partial \ell} = 6 \pi \eta v r. \quad (5)$$

Из данного выражения можно определить величину эффективной диэлектрической восприимчивости $\chi_э$

Измерение поляризационных характеристик частиц осуществляется с помощью электрооптической системы детекции, которая включает в себя следующие компоненты: компьютер, усилитель ГЗ –112/1, генератор ГСПФ-052, микроскоп Микмед-2 с видеокамерой, одноразовую измерительную ячейку. Функциональная схема ЭОСД представлена на рис 1.



Рис 1. Функциональная схема электрооптической системы детекции измерения величины поляризуемости.

В настоящее время разрабатывается методики измерения поляризационных характеристик биочастиц (эритроцитов).

D22 КОМБИНАЦИОННОЕ РАССЕЯНИЕ СВЕТА В УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУРАХ

В.А. Володин^{1,2}, А.В.Латышев^{1,2}

¹Институт Физики Полупроводников СО РАН, 630090, пр-т Академика Лаврентьева 13, Новосибирск
volodin@isp.nsc.ru,

²Новосибирский государственный университет, 630090, ул. Пирогова, 2, Новосибирск.

Углеродные наноструктуры обладают большим многообразием форм вследствие разнообразия гибридизации углерода при построении химических связей – известные формы sp^3 sp^2 sp^1 гибридизации. Объемная форма углерода в sp^3 гибридизации (алмаз) характеризуется в спектрах комбинационного рассеяния света (КРС) узким пиком с положением 1332 см^{-1} . Определение размеров нанопорошков алмаза является актуальной задачей как в научном плане так и для практического использования. Спектроскопия КРС позволяет получать и анализировать информацию, интегральную по массиву нанопорошков алмаза и по сдвигу пика определять средний размер наночастиц. Так, средний размер наночастиц алмаза, спектр которых

приведен на рисунке 1 составляет 5 нм. Для сравнения приведен спектр монокристаллического алмаза, поделенный в 1000 раз. Для анализа размеров нанокристаллов из данных спектроскопии КРС необходимо определить положение и ширину пиков и на основе модели пространственной локализации фононов определить их зависимость от размеров нанокристаллов [1].

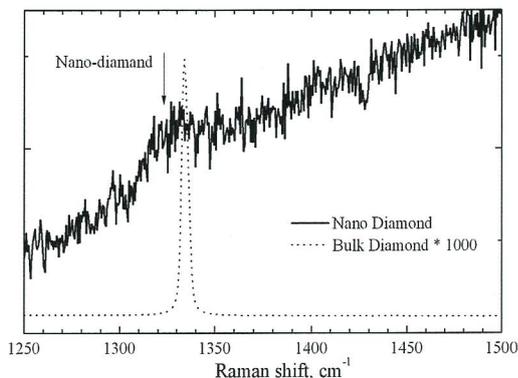


Рис.1. Спектр КРС ультра-дисперсных нанопорошков алмаза.

В спектре КРС графита наблюдаются разрешенный G-пик (1582 см^{-1}) и запрещенный, но индуцированный несовершенствами и дефектами D-пик (1350 см^{-1}). Из анализа данных пиков можно извлечь информацию о нанокластерах углерода содержащихся в различных матрицах [2]. Можно оценить размеры нанокластеров, соотношение sp^3 и sp^2 гибридизированного углерода, и даже оценить концентрацию водорода, в случае гидрогенизированных кластеров [3].

Из анализа спектров КРС можно, как из анализа отпечатков пальцев, извлечь информацию о количестве слоев графена, о структуре углеродных нанотрубок и т.д. На рисунке 2 приведен спектр углеродных нанотрубок с двойными стенками. По положению «дышащей» моды в акустической области можно оценить диаметр нанотрубок. В спектре также наблюдаются G- и D-пики а также их двухфононные особенности.

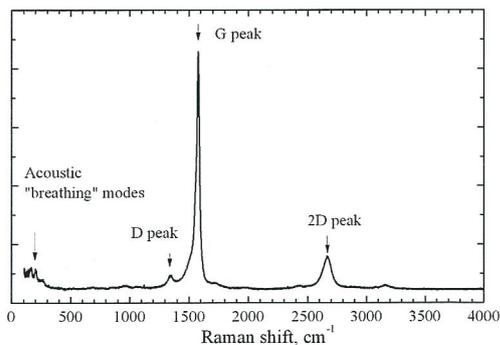


Рис.2. Спектр КРС углеродных нанотрубок.

На рисунке 3 представлены спектры КРС графена. Количество моно-слоев в пленке графена можно определить из анализа 2D пика [4]. В случае двухслойного графена 2D пик имеет дублетную структуру. Если графен содержит 4-5 слоев, его спектр КРС практически не отличается от спектра КРС графита.

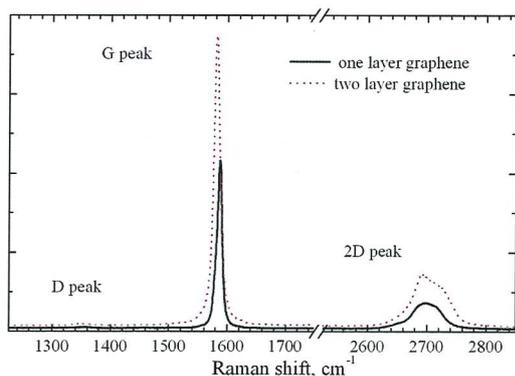


Рис.3. Спектр КРС графенов.

Спектры КРС регистрировались в геометрии квазиобратного рассеяния. Использовалось оборудование научно-образовательного комплекса «Наносистемы и современные материалы» НГУ - спектрометр с тройным монохроматором T64000 производства Horiba Jobin Yvon. В качестве детектора использовалась кремниевая матрица фотоприемников, охлаждаемая жидким азотом. Применялась приставка для микроскопических исследований КРС (micro-Raman) на основе микроскопа Olympus. Применение различных объективов позволяло фокусировать лазерное излучение в пятно с размерами от 1 до 20 микрон. Прибор оснащен термо-ячейкой Linkam THMS600, что позволило регистрировать спектры при температуре от 77 до 873 К.

Спектроскопия комбинационного рассеяния света является экспрессной и неразрушающей методикой для анализа углеродных наноструктур.

Авторы выражают благодарность профессору В.Я. Принцу и к.ф.-м.н. А.А. Пахневичу за предоставленные образцы графена.

S. Osswald, V. N. Mochalin, M. Havel, G. Yushin, and Y. Gogotsi. *Phys. Rev. B.*, 2009, **80**, 075419.

Т.П. Смирнова, В.А. Володин, М.С. Лебедев, В.И. Белый. *Оптика и Спектроскопия*, 2011, том 110, № 1, с. 60.

Ferrari A.C., Robertson J. *Phys. Rev. B.* 2001. V.64. 075414.

Zhenhua Ni, Yingying Wang, Ting Yu, and Zexiang Shen. *Nano Res* (2008) 1: 273 291.

ТЕЗИСЫ СТЕНДОВЫХ ДОКЛАДОВ

C1 ВОЗМОЖНОСТИ СЕРТИФИКАЦИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ РАЗЛИЧНОГО НАЗНАЧЕНИЯ В УСЛОВИЯХ ХОЛОДНОГО КЛИМАТА

Буренина О.Н., Попов С.Н., Бабенко Ф.И.

Институт проблем нефти и газа СО РАН, Якутск,
ул. Автодорожная, 20
bon.ipng@mail.ru

В 2009 году испытательная лаборатория проблем коррозии и старения ИПНГ СО РАН (ИЛКС ИПНГ СО РАН) на основании решения аттестационной комиссии сертификационного центра ГК «Российская корпорация нанотехнологий» была признана технически компетентной в Системе добровольной сертификации продукции nanoиндустрии «Наносертифика».

Испытательная лаборатория предназначена для проведения испытаний, в том числе сертификационных, с целью определения:

- стойкости неметаллических материалов и изделий из них, нанопокровов к старению на основе ускоренных климатических испытаний и испытаний на климатической испытательной станции;
- физико-механических показателей качества неметаллических наноматериалов;
- триботехнических показателей антифрикционных наноматериалов и износа на основе испытаний на машине трения и износа.

Область аккредитации испытательной лаборатории включает более 30 наименований материалов и изделий из них, в том числе: полимеры, пластиковые массы, компаунды, пленочные материалы, химические волокна, органическое стекло, каучуки и изделия из них, клеи, герметики, изделия из латексов и клеев, резина - технические изделия различного назначения, продукция кабельная, материалы рулонные, кровельные, гидроизоляционные и армирующие, теплоизоляционные плиты и маты, профили из стеклопластика, ткани с резиновым и пластмассовым покрытием, материалы антифрикционные и др.

В настоящее время разработана широкая гамма новых наноконпозиционных материалов и покрытий. Указанные материалы должны быть с одной стороны сертифицированы, с другой стороны – определена возможность их применения и долговечность в различных климатических зонах, в том числе в условиях холодного климата

Исследования климатической стойкости полимерных и композиционных материалов и изделий Институтом проводятся в течение более тридцати лет. Заказчиками испытаний являлись предприятия и организации химической, аэрокосмической, оборонной, строительной и др. отраслей промышленности (НПО "Энергия", ОКБ им. О.К. Антонова, ФГУП "ВИАМ", ЦНИИАвтоматики и гидравлики, ВНИИТрансмаш, ВНИИЭМИ, ЦНИИГА, ЦНИИЖБ, ЦНИИТочмаш и т.д.).

- Климатические исследования материалов включают:
- экспонирование материалов и изделий в условиях открытого и складского хранения, а также при воздействии различных сред;
 - исследования физических и механических свойств в процессе экспонирования;
 - разработку методов ускоренных климатических испытаний;

- разработку методов прогнозирования изменчивости свойств материалов;
- разработку рекомендаций по применению полимерных и композиционных материалов и изделий в зоне холодного климата при различных эксплуатационных условиях.

Возможность проведения сертификационных испытаний наноматериалов и покрытий в условиях холодного климата обеспечивается наличием соответствующего испытательного оборудования, климатической испытательной станции и подтверждается аттестатом аккредитации испытательной лаборатории проблем коррозии и старения Института проблем нефти и газа СО РАН. В последнее время развивается новый структурно-феноменологический подход к созданию моделей прогнозирования механического поведения материалов и изделий и выбору режимов ускоренных климатических испытаний. Развивается новое направление в теории надежности, которое естественным образом включает описание физико-химических процессов взаимодействия объекта с окружающей средой и переход системы в неработоспособное состояние как физический процесс.

Таким образом, для более надежного прогнозирования старения композиционных наноматериалов в условиях воздействия факторов холодного климата необходимы разработка методик проведения натуральных климатических испытаний и на базе полученных данных выбор режимов проведения ускоренных климатических испытаний (УКИ). Все это позволит разработать методы проведения УКИ для нового класса композиционных материалов и модели прогнозирования их старения в условиях холодного климата.

C2 ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ВТОРИЧНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ ВЗВЕСЕЙ НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА (ГВЭТ 163-1-2010). МЕРЫ ЛИНЕЙНОГО РАЗМЕРА И СЧЁТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ

Д.А. Данькин, М.В. Балаханов, О.В. Карпов,
Д.М. Балаханов, Е.В. Лесников

Всероссийский научно-исследовательский институт
физико-технических и радиотехнических измерений,
Менделеево
mera@vniiftri.ru

Государственный вторичный эталон единиц дисперсных параметров взвесей нанометрового диапазона предназначен для воспроизведения размера частиц взвесей в диапазоне 0,01..5 мкм и счётной концентрации частиц в диапазоне $10^8..10^{14}$ см⁻³. Характеристики эталона определены для наиболее употребительной сферической модели частиц взвеси.

Вторичный эталон создан на базе Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163 - 2003), с целью расширить границы измерения размеров частиц в жидкой среде вплоть до 10 нм.

В основу определения единицы размера положен метод динамического рассеяния света [1], позволяющий определить коэффициент диффузии дисперсных частиц в жидкости путём анализа характерного времени флуктуаций интенсивности рассеянного света. Далее, из коэффициента диффузии по формуле Стокса-Эйнштейна определяется размер (радиус) наночастиц. Метод реализован с помощью анализатора размеров частиц Malvern Zetasizer Nano ZS (фирмы Malvern Instruments).

Для автоматизации задач определения размера как функции от pH, проводимости или концентрации в состав эталона входит универсальный автотитратор МРТ-2 производства той же фирмы.

В основу определения счётной концентрации положен метод на основе закона Буге-Бэра. Метод измерения основан на определении ослабления параллельного монохроматического пучка света при распространении его в поглощающей среде.

Для обеспечения единства измерений Государственный вторичный эталон сличался с Государственным первичным эталоном (ГЭТ 163 - 2003) в соответствии с действующей поверочной схемой [2]. Для обеспечения сличений была разработана методика, основанная на линейности анализатора типа Malvern Zetasizer Nano ZS и алгоритме многоточечной калибровки анализатора на основе линейной регрессии [3, 4].

Создание Государственного вторичного эталона единиц дисперсных параметров взвесей нанометрового диапазона дало возможность ввести в обращение и аттестовать набор мер нанометрового диапазона. Набор предназначен для применения в области метрологического обеспечения (поверки, калибровки) приборов нанометрового диапазона размеров частиц. Меры предназначены для воспроизведения единиц размеров и счётной концентрации наночастиц в водных средах, представляющие собой взвеси монодисперсных наночастиц в водной среде. Набор состоит из пяти флаконов (МНР-20, МНР-40, МНР-60, МНР-80, МНР-100), отличающиеся размерами воспроизводимых наночастиц и счётными концентрациями.

Список литературы

1. ISO 22412: 2008. Particle size analysis. Dynamic light scattering (DLS).
2. ГОСТ Р 8.606-2004. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов. Москва. Стандартинформ. 2004. 8 с.
3. П.А. Красовский, О.В. Карпов, Д.М. Балаханов, Е.В. Лесников, Д.Д. Фролов. Исследование метрологических характеристик комплекса аппаратуры, для измерений параметров наночастиц в природных и технологических средах // Измерительная техника. №1. 2010 г. с.3-8.
4. ГОСТ 8.207-76. Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения. Стандартинформ. 2008. 7 с.

СЗ КЛАССИФИКАЦИЯ НАНОСТРУКТУР И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ

А.А. Дудин¹, Е.Ф. Кустов²

¹Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва, Ленинский проспект, дом 32А
alexanderdudin@msn.com

²Московский энергетический институт (технический университет), Москва

Проблема классификации и определения составов наноструктур является новой физико-химической проблемой, отличающейся от проблемы классификации структуры кристаллических тел, где имеется постоянство углов химической связи по всему пространству кристалла.

Кривизна поверхности наночастиц меняет положение σ и π орбиталей и координацию атомов, что в существенной степени влияет на химические свойства наночастиц. Поэтому изменение числа атомов в наноструктуре приводит к появлению новых структур с новыми свойствами. Если кристаллические структуры описываются группами пространственной симметрии со свойствами трансляционной симметрии бесконечного порядка, то нанооболочки описываются только группами точечной симметрии и поэтому имеют дискретный состав. Отсюда возникает проблема классификации наноструктур, которую следует проводить по триаде: Группа симметрии – Состав оболочки – Структурная формула оболочки. Этот подход заключается в определении и применении принципа сохранения группы симметрии атомных оболочек наноструктур.

Конструкция оболочек наноструктур определяется распределением атомов по вершинам, ребрам и граням многогранников и элементам симметрии группы симметрии оболочки. Перебирая все возможные распределения атомов по оболочке данной группы симметрии, получается система всех в принципе возможных наноструктур, как экспериментально известных, так и новых структур, допустимых принципами симметрии. Однако вопросы устойчивости структур оболочек в данной работе не рассматриваются.

Классификация нанооболочек должна быть применима для всех возможных одно- и многослойных наноструктур как замкнутых, так и открытых, совместимых с принципами симметрии, быть полностью независимой от размера оболочки.

В целом, нанооболочки делятся на ветви, классы и подклассы, определяемые группой симметрии оболочки и наборами квантовых чисел θ_i . На диаграмме рисунка 1 показана структура разделения нанооболочек по принадлежности к группам симметрии и дана классификация нанооболочек кристаллографических и не кристаллографических групп и текстур или нанотрубок. Каждая ветвь классификации делится на 8 классов в соответствии со значениями квантовых чисел θ_i осей симметрии N_θ .

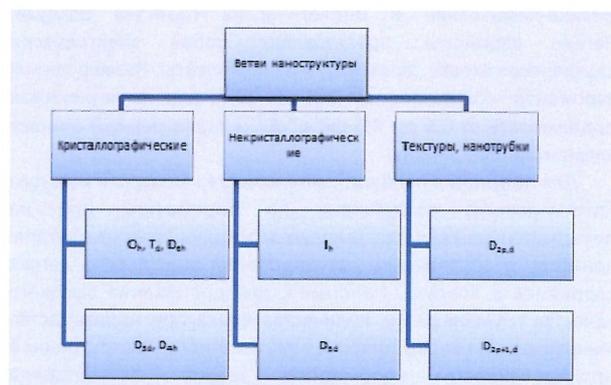


Рис. 1. Разделение наноструктур на ветви по точечным кристаллографическим, не кристаллографическим группам и текстурам.

Практическое применение данной модели классификации позволяет составлять таблицы, массивы и базы данных. Развитие информационных технологий значительно упрощает последующий доступ к информации. Графические модели учитывают физико-химические свойства и поэтому возможно прямое моделирование конечного результата.

Таблица 1. Пример массива данных частиц кубической группы симметрии (O_h) с числами атомов $N_s=6, 8, 12, 24, 48$.

N_s	j	$\theta_{[100]}$	$\theta_{[111]}$	$\theta_{[110]}$	$\rho_{[j00]}$	$\rho_{[jdd]}$	$\rho_{[jdd]}$	$\rho_{[jdg]}$	R^2	k
6	1	x							0.250	6
8	1		x						0.750	8
12	1			x					0.500	12
24	2				x				1.250	24
24	2					x			1.500	24
24	2						x		2.250	24
48	3							x	3.500	48

Полученные при расчетах данные были сведены в массивы, а затем в единую базу данных. Используя современные информационные технологии, был разработан электронный WEB-портал атласа наночастиц, который в настоящее время находится в активной фазе разработки и пополнения данными. Возможности сайта позволяют получить быстрый доступ к различным данным по наноматериалам и получить всю необходимую информацию для дальнейших исследований в области нанотехнологий и наноматериалов.

С4 ИЗМЕРЕНИЯ СЧЕТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЭРОИОНОВ В ДИАПАЗОНЕ РАЗМЕРОВ ОТ 0,2 ДО 0,7 НМ. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ ЭТАЛОН ГЭТ 177-2010.

О.В. Карпов, С.В. Колерский, А.В. Журавлев, С.С. Колерская

ФГУП «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт Физико-Технических и Радиотехнических Измерений», Менделеево, Московская область, Россия
mera@vniiftri.ru

Легкие аэроионы являются переносчиками заряда в воздухе, и вследствие этого, определяют электрические, физико-химические и биологические свойства воздуха. Легкие аэроионы, представляют собой электрически заряженные атомы, молекулы и их комплексы. Размер легких аэроионов составляет от 0,2 до 0,7 нм, электрическая подвижность от $0,5$ до $2,5 \text{ см}^2 \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{В}^{-1}$ и заряд равный одному элементарному заряду.

Для получения необходимого качества воздуха и нужного (оптимального) воздействия на биообъекты или на поверхностные свойства твердых и жидких сред необходим контроль и обеспечение регулирования содержания легких аэроионов в воздухе. Например, для достижения высокого качества и уменьшения количества брака при производстве микросхем на основе микро и нанотехнологий в электронной промышленности необходима защита от разряда статического электричества, которая может быть организована только бесконтактным методом – при помощи аэроионизирующего оборудования. Для производителей микроэлектронных и полупроводниковых изделий, работающих в нанометровой области, такая защита особенно актуальна. Для этих целей используется аэроионометрическая аппаратура (счетчики и спектрометры аэроионов) и аэроионизирующее оборудование.

В США давно разработаны стандарты регламентирующие верификацию (сертификацию) аэроионизаторов, используемых для управления нейтрализацией электростатического заряда, и методы и средства измерений их параметров [1,2]. В ЕС существуют аналогичные стандарты

[3,4]. В РФ, также, внедряются аналогичные, недавно разработанные стандарты ГОСТ Р 53734.5.1-2009 и ГОСТ Р 53734.5.2-2009.

Для обеспечения единства измерений в рассматриваемой области был создан и утвержден в 2010 году государственный первичный эталон единиц объемной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счетной концентрации аэроионов ГЭТ 177-2010 и государственная поверочная схема для этих средств измерений [5].

Воспроизведение единиц объемной плотности электрического заряда и счетной концентрации аэроионов основано на создании среды сравнения – ионизированного воздуха с задаваемыми значениями указанных величин и измерении параметров этой среды эталонными методами и средствами измерений. Среда сравнения создается при помощи генераторов аэроионов состоящего из аэроионизатора и системы регулирования концентрации аэроионов на основе электростатических осадителей. Параметры этой среды измеряются методом аспирационного конденсатора [6,7]. Этот метод является основным в этом виде измерений и используется в ряде стран, например в стандарте Японии [8].

Погрешность воспроизведения эталоном единиц полярной ОПЭЗ (счетной концентрации) легких аэроионов в диапазоне от $1,6 \cdot 10^{-2}$ до $2 \cdot 10^2 \text{ нКл} \cdot \text{м}^{-3}$ (от 10^8 до $1,2 \cdot 10^{-12} \text{ м}^{-3}$), выраженная в СКО результата измерений не превышает 2,2% при неисключенном остатке систематической погрешности (при доверительной вероятности равной $P = 0,99$), составляющем 3,6%. Суммарная погрешность (при $P = 0,99$) не превышает 7,9%.

На эталоне проводится поверка и калибровка СИ и испытания аэроионометрической аппаратуры (счетчиков аэроионов).

В дальнейшем намечается:

создание и внедрение рабочих эталонов в РФ в соответствии с поверочной схемой [5];

испытания при сертификации аэроионизирующего оборудования (аэроионизаторов воздуха);

внедрение новых технологий с использованием современных высокоточных СИ.

Литература

- ANSI/ESD STM 3.1-2006; Part «Ionization», США.
- ANSI/ESD SP 3.3-2006; Part «Periodic Verification of Air Ionizers», США.
- EN IEC 61340-5-2; «Protection of electronic devices from electrostatic phenomena», EC.
- EN IEC 61340-4-7; «Standard test methods for specific applications – Ionization».
- ГОСТ 8.646-2008. ГСИ. «Государственная поверочная схема для средств измерений объемной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счетной концентрации аэроионов».
- Х.Ф. Таммет «К теории аспирационных счетчиков аэроионов», Изв. АН СССР, 1960, №8, с.1263 – 1270.
- Н.А. Фукс «Механика аэрозолей», Издательство АН СССР, М., 1955.
- JIS B 9929:2006; «Standard for measuring methods of airborne ion density».

С5 ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ, ВЗВЕСЕЙ И ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ (ГЭТ 163 - 2010)

Е.В. Лесников, М.В. Балаханов, О.В. Карпов, Д.М. Балаханов

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, mera@vniiftri.ru

Государственный первичный эталон (ГЭТ 163 - 2010) предназначен для воспроизведения, хранения и передачи единиц размера частиц, счетной и объемной (массовой) концентраций, значений функции распределения частиц по размерам в аэрозолях, взвесах и порошкообразных материалах. Эталон обеспечивает измерения значений размера частиц и значений функции распределения частиц по размерам в диапазоне 0,03 – 1000 мкм, и счётной концентрации $10^5 - 10^{12} \text{ м}^{-3}$.

Единица размера (длины) мкм является основной единицей, а счетная (м^{-3}), концентрация является дополнительной и её определение осуществляется расчетным путем исходя из закона Буге-Бэра.

В основу метода определения единицы размера частиц положен метод эталонного измерителя, при этом, на эталонном видеоизмерителе дисперсных параметров порошков и суспензий (Альтами БИО-3), состоящем из микроскопа сочлененного с цифровой видеокамерой и ПЭВМ, производится измерение проекционного диаметра частиц и значений функции распределения по размерам в диапазоне от 0,8 – 1000 мкм. Методы оптической микроскопии применимы лишь для объектов находящихся на оптическом столике микроскопа, поэтому они неприменимы для аэрозолей.

В аэрозолях и суспензиях измерение размера частиц и значений функции распределения по размерам производится на эталонном универсальном измерителе дисперсных параметров аэрозолей, суспензий и порошкообразных материалов (МИД-5) в диапазоне 0,5 – 1000 мкм, основанный на методе рассеяния лазерного излучения [1]. Также с помощью эталонного универсального измерителя по закону Буге-Бэра определяется счетная концентрация частиц.

Для измерения параметров частиц в субмикронном и нанометровом диапазоне размеров в аэрозолях в состав эталона входит дифференциальный анализатор электрической подвижности [2], типа TSI 3936, позволяющий определять дисперсные характеристики частиц аэрозоля в диапазоне размеров 0,03 – 1 мкм.

Для измерения счётной концентрации аэрозольных частиц размером от 0,1 до 10 мкм, используется лазерный счётчик Lighthouse SOLAIR 1001+.

В качестве дополнительного и независимого метода измерений параметров частиц в аэрозолях и взвесах используется разработанный в ВНИИФТРИ интерферометрический измеритель дисперсности [3], позволяющий измерять средний размер и концентрацию частиц. Метод основан на анализе изменений амплитудных и фазовых соотношений интерферограмм до и после введения в рабочий объем интерферометра частиц. Этот метод также позволяет уточнять действительную и мнимую часть показателя преломления частиц аэрозоля или взвеси,

что достаточно важно при измерении наночастиц. Рабочий диапазон измерения частиц 0,03 – 0,8 нм.

Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163 - 2010), соответствует современным требованиям и мировому уровню развития этого вида измерений и позволяет проводить поверку, калибровку и испытания с целью утверждения типа всего парка современных высокочувствительных приборов для измерения дисперсных параметров аэрозолей и взвесей.

Список литературы

1. ISO 13320-1:1999. Particle size analysis. Laser diffraction methods. Pt. 1: General principles.
2. ISO 15900:2009. Determination of particle size distribution. Differential electrical mobility analysis for aerosol particles. Красовский П.А., Карпов О.В., Балаханов Д.М., Лесников Е.В. Проблемы метрологического обеспечения измерений параметров наночастиц в технологических средах // Измерительная техника, №5, 2009, с. 8-15.

С6 ПРЕЦИЗИОННЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ НАНОСТРУКТУР, СОЗДАННЫХ МЕТОДОМ ФОКУСИРОВАННОГО ИОННОГО ПУЧКА НА СТУПЕНЧАТОЙ ПОВЕРХНОСТИ Si(111)

Т.В. Козлова, С.С. Косолюбов, А.В. Латышев

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
tatuana.kozlova@gmail.com
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

Для одновременных прецизионных измерений в нано- и микромасштабе актуальной является разработка тестовых объектов, совмещающих оба диапазона. В данной работе рассмотрен подход к созданию подобных тестовых структур, основанный на совмещении метода локальной модификации поверхности фокусированным ионным пучком (1540 XB Cross Beam, Carl Zeiss) с уникальным методом *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии. Метод фокусированного ионного пучка позволяет проводить прецизионное удаление материала с поверхности подложек для создания микронных и субмикронных структур (top-down технология) [1]. Объекты нанометрового диапазона могут быть созданы в процессе самоорганизации элементов поверхности (bottom-up технологии) [2]. Одним из примеров самоорганизации является образование эшелонов монокристаллических ступеней (скоплений близкорасположенных ступеней) в определенных интервалах температур при нагреве кристалла кремния постоянным электрическим током [3].

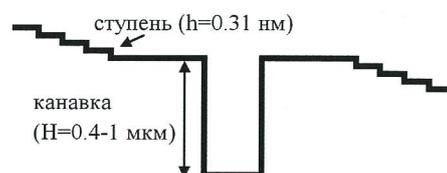


Рис. 1. Схематическое изображение тестовых структур

Схематическое изображение тестовых структур, созданных на поверхности Si(111), представлено на рис. 1. Образец кремния был предварительно очищен путем его

нагрева переменным электрическим током при температуре 1300°C в течение 10 минут в условиях сверхвысокого вакуума (10^{-8} Па). Для формирования эшелонов ступеней высотой от 2 до 30 нм образец нагревался постоянным током. Затем на участках между эшелонами с низкой плотностью ступеней создавались микроструктуры в виде прямоугольных канавок методом травления поверхности Si(111) сфокусированным пучком ионов Ga⁺. Латеральный размер канавок составлял 4×1 мкм², диапазон глубин – 0,1 – 1 мкм, при этом глубина канавки определялась током пучка ионов и временем травления. Характерный вид получаемых структур представлен на рис. 2. Для проведения калибровки зависимости скорости травления от параметров травления (тока пучка и времени экспозиции) было проведено изучение профиля канавок, полученных срезом структуры с помощью сфокусированного ионного пучка (рис. 3).

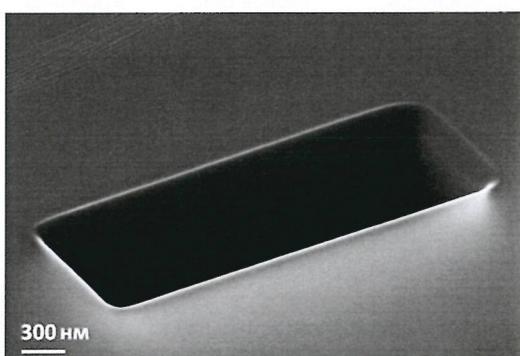


Рис. 2. СЭМ изображение поверхности Si(111) с канавкой и эшелон ступеней (слева вверх).

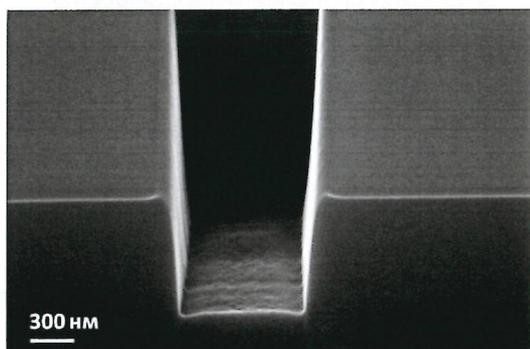


Рис. 3. СЭМ изображение вертикального среза канавки.

Таким образом, в данной работе представлена возможность создания прямоугольных канавок (глубиной 0,1 – 1 мкм) вблизи эшелонов ступеней (высотой 2 – 30 нм). Разработанные тестовые структуры могут быть использованы для калибровки приборов атомно-силовой микроскопии одновременно в двух диапазонах – микро- и наномасштабах.

1. P.Gnauck, P. Hoffrogge, and J. Greiser, Proc. SPIE Vol. 4689 (2002) 833-840
2. D.M. Eigler and E.K. Schweizer, Nature 344 (1990) 524-526
3. A.V.Latyshev, A.L.Aseev, A.B.Krasilnikov et al., Surf. Sci. V. 213 (1989) 157-169

С7 СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ И АВТОМАТИЧЕСКОЙ КОРРЕКТИРОВКИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ОПТИЧЕСКИХ ПЛЕНОК И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЁВ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ

К.Ю. Куваев

ОАО Техноинфо, г. Москва,
Кутузовский пр., д. 9, корп. 2а, 77
konstantin@technoinfo.ru

Доклад посвящен анализу современных методов контроля и автоматической корректировки технологических процессов изготовления оптических пленок и функциональных слоев интегральных микросхем (ИМС).

Из всего спектра различных технологии получения тонких пленок нанометровых толщин в докладе рассматриваются методы наиболее распространенные на сегодняшний день в микро-/нанoeлектронике, а именно, ионно-лучевые методы, методы химического осаждения из газовой фазы, магнетронное напыление.

К основным контролируемым параметрам тонких пленок относятся их толщина, стехиометрия, объемная структура и состояние поверхности. Эти параметры могут измеряться и контролироваться в процессе нанесения (роста). В докладе рассматриваются внутрикамерные методы контроля параметров наносимых пленок. Такие методы позволяют в ходе процесса изготовления оперативно вносить изменения в параметры воздействия и, тем самым, автоматически корректировать технологический процесс.

Методы контроля параметров наноразмерных пленок можно разделить на две группы оптические и электрофизические. В данном докладе будут рассмотрены обе эти группы.

Внутрикамерный контроль весьма актуален для производства функциональных слоев интегральных микросхем, высококачественных оптических покрытий, наноразмерных покрытий других назначений, так как он позволяет значительно улучшить повторяемость, повысить качество получаемых пленок и даёт возможность автоматической корректировки технологического процесса в ходе изготовления.

С8 АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЯ ШИРОКОГО РАЗМЕРНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ АЭРОЗОЛЯ ДИФфуЗИОННОЙ БАТАРЕЕЙ И ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИМ СЧЕТЧИКОМ

С.Б. Малышкин¹, А.С. Козлов¹, А.К. Петров¹, А.С. Сафатов²

¹Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск, 630090, ул. Институтская 3
msb@ngs.ru

²Федеральное государственное учреждение науки «Государственный научный центр вирусологии и биотехнологии "Вектор" Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Кольцово, Новосибирская область

Определение размерного распределения аэрозольных частиц как можно более широкого диапазона является крайне важным в широком круге задач, от атмосферной оптики до химической физики наночастиц. Но при этом, неизбежно возникает проблема «стыковки» данных, полученных на приборах, работающих в различных размерных диапазонах с использованием различных физических принципов. Современные приборы, например, комбинация автоматизированной диффузионной батареи и фотоэлектрического счетчика, позволяют покрыть диапазон размеров от 3нм до 100мкм.

Основные проблемы, которые приходится решать при автоматизированном объединении данных, получаемых различными приборами следующие: автоматическая выбраковка данных, синхронизация измерений по времени, различная статистическая обеспеченность на границах диапазонов.

Для практического решения данного вопроса в ИХКГ СОРАН создан аппаратно - программный комплекс, включающий диффузионный спектрометр аэрозолей ДСА, фотоэлектрический счетчик частиц Grimm #1.109 и программную оболочку, обеспечивающую управление приборами, стыковку данных и граничное сглаживание по алгоритму MSA [1].

Комплекс приборов опробован в ходе комплексных экспедиций летом 2009 года в районе г. Геленджик [2] и на Байкальской атмосферно – лимнологической обсерватории в районе пос. Большие Коты Иркутской обл. Проведены измерения временного хода дисперсного состава аэрозоля в диапазоне размеров 3 нм – 30 мкм.

Разработанный подход может быть применен для объединения результатов измерений, полученных приборами других типов.

1. Еременко С.И. Диффузионная батарея при мониторинге атмосферы: методика оценки погрешности данных // Оптика атмосферы и океана, 2000, т. 13, № 2, с. 204-207
2. A.S. Safatov, M.Yu. Arshinov, A.M. Baklanov, G.A. Buryak, V.M. Generalov, S.A. Kiselev, A.S. Kozlov, S.B. Malyshev, S.E. Olkin, I.K. Peznikova, A.N. Sergeev, B.D. Belan, D.V. Simonenkiv, An estimation of sea aerosol part in seashore town Gelendzhik's air in the 2009 summer // Chemical engineering transactions, 2010, v.22, pp.113-118

Благодарности: Работа выполнена при частичной поддержке ФЦП (Госконтракт № 02.515.11.5087) и Экспедиционного гранта СО РАН (р.п. №133 от 29.04.09).

С9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В АМОРФНОЙ МАТРИЦЕ ПРИ ВРЭМ-ИССЛЕДОВАНИЯХ

М.А. Неклюдова^{1,2}, А.К. Гутаковский¹

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, 630090, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
ntmx@ngs.ru

²Новосибирский Государственный Университет, Новосибирск, 630090, ул. Пирогова, 2

Применение кристаллических кластеров в аморфной матрице находит широкое применение для создания оптических приборов микроэлектроники [1-3]. Для структурной характеристики кристаллических кластеров высокоразрешающая электронная микроскопия (ВРЭМ) является наиболее адекватным методом. Однако, интерпретация ВРЭМ-изображений обычно затруднительна, так как контраст изображения зависит от различных параметров, таких как толщина образца, наличие поверхностных разупорядоченных слоев, возникающих в процессе препарирования ионами, условия наблюдения. Детальное исследование контраста от кристаллических кластеров в аморфной матрице важно для правильной оценки результатов ВРЭМ. Для определения пределов применимости ВРЭМ для визуализации маленьких частиц используют методы компьютерного моделирования теоретических ВРЭМ-изображений. Обычно используют мультислойный метод расчетов, который применим для различных материалов. Программа мультислойного 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 априори устанавливать минимальные размеры кластеров, которые могут быть визуализированы на ВРЭМ-изображениях и выбирать оптимальные условия для ВРЭМ-исследования таких систем. Данные карты облегчают интерпретацию экспериментальных ВРЭМ-изображений и повышают достоверность информации об атомном строении исследуемого материала.

Моделирование теоретических ВРЭМ-изображений включало разработку моделей атомной структуры кристаллических кластеров (TiN и CdS) на поверхности аморфной матрицы (SiO₂) и моделирование теоретических ВРЭМ-изображений для этих моделей. При разработке моделей варьировались следующие параметры: количество атомов в кластере (от 80 до 800), толщина аморфной матрицы (1.5; 3.0 и 6.0 нм), кристаллографическая ориентация кластеров относительно направления падения электронного пучка: (001);(110); (111) и случайная. Модель аморфной матрицы построена методом молекулярной динамики с использованием коммерческого пакета программ HyperChem7.0. Моделирование теоретических ВРЭМ-изображений выполнено для просвечивающих электронных микроскопов JEOL-4000EX и JEOL-2200FS. На рис.1 приведен пример расчетного изображения 4-х кристаллитов TiN (300 атомов) с различной ориентацией на SiO₂ толщиной 1.5 нм.

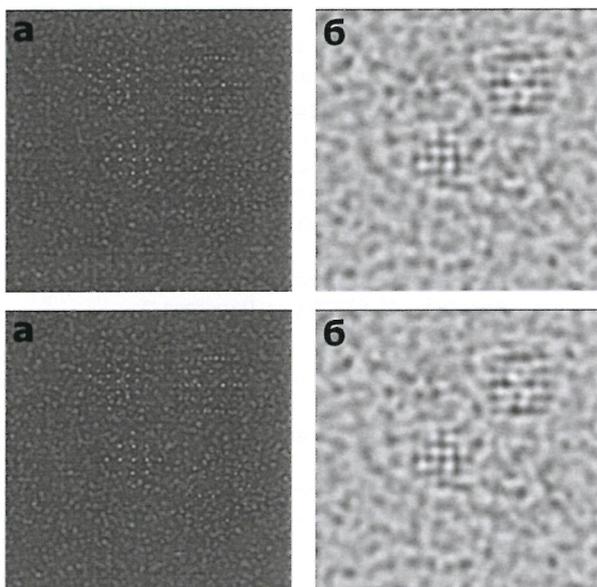


Рис.1. Теоретические ВРЭМ изображения кристаллитов TiN: а – проекция потенциала, б – изображение в фокусе Шерцера, в – изображение при втором оптимуме, г – изображение в точном фокусе

Проанализирован контраст кристаллических наночастиц TiN и CdS в зависимости от их размера и толщины аморфного диоксида кремния. Установлены пределы видимости и оптимальные условия визуализации этих нанокристаллов в аморфной матрице. Показано, что на ВРЭМ-изображениях размер и форма кластеров отображаются корректно, когда средний размер нанокристалла равен или больше толщины аморфной матрицы. Показано, что кристаллические кластеры со случайной ориентацией можно визуализировать только на темнопольных изображениях. При этом, форма и размер частиц отображаются некорректно.

Список литературы:

1. G.A.Kachurin, I.E.Tyschenko, A.K.Gutakovskiy et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 122 (1997) 571-574.
2. I.E.Tyschenko, A.B.Talochkin, A.G.Cherkov, K.S.Zhuravlev, R.A.Yankov, Solid State Communications, v. 129, N1 (2004), pp. 63-68.
3. G.A.Kachurin, S.G.Cherkova, V.A.Volodin, V.G.Kesler, A.K.Gutakovskiy, A.G.Cherkov, A.V.Bublikov, D.I.Tetelbaum, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, (2004), 222 pp.497-504.

C10 РАЗМЕРЫ НАНООБЪЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ И ДЕФЕКТНЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ ПОЗИТРОННОЙ АННИГИЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

В.И. Графутин, О.В. Илюхина, Г.Г. Мясищева, Е.П. Прокопьев, Г.И. Савельев, С.П. Тимошенко, Ю.В. Фунтиков

Институт Теоретической и Экспериментальной Физики им. А.И.Алиханова (ИТЭФ), Москва, ул. Б. Черемушкинская, 25
eprokopiev@mail.ru

Проведенные исследования позитронной аннигиляции в компактированных нанокристаллических металлах и сплавах, а также в полупроводниках и пористом кремнии [1] показали, что позитроны эффективно зондируют свободные объемы нанобъектов (в основном вакансии, дивакансии и поры) с размерами в ангстремном и нанометровом диапазонах как в металлах и сплавах, так и в полупроводниках и пористых системах. Нами получены на основе модели движения частицы в плоскости, ограниченной круглой цилиндрической абсолютно непроницаемой стенкой [1], более правильные формулы для определения радиусов R_c цилиндрических (символ c) и уточненные формулы радиусов сферических (символ sp) нанопор по ширинам компонент углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) $\theta_{1/2}$ и энергиям E_{1c} и E_{sp} основного состояния парапозитрония, аннигилирующего в порах в пористом кремнии и диоксиде алюминия

$$R_c [A] = \frac{21,1}{\theta_{1/2} [mrad]}, R_c [A] = \left(\frac{30,58}{E_{1c} (eV)} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

$$R_{sp} [A] = \frac{16,6}{(\theta_{1/2}) [mrad]}, R_{sp} [A] = \left(\frac{18,85}{E_{1sp} (eV)} \right)^{1/2} \quad (2)$$

где R и $\theta_{1/2}$ выражаются в Å и $mrad$ соответственно. Для экспериментального значения в пористом кремнии $\theta_{1/2} = 0,8$ мрад [5], получили среднее значение радиуса цилиндрических пор $R \approx 26,4 \text{ Å} \approx 3 \text{ нм}$. Их концентрация в пористом слое оказалась равной $\sim 5,6 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$.

Эксперименты показали [1], что основная часть позитронов аннигилирует в пористом кремнии из позитронных состояний непозитрониевого типа в объеме пор. В этом случае формулы (1) и (2) преобразуются в:

$$R_c [A] = \left(\frac{61,1}{E_{1sp} (eV)} \right)^{1/2}, R_{sp} [A] = \left(\frac{37,7}{E_{1sp} (eV)} \right)^{1/2} \quad (3)$$

Таким образом, по энергии в месте аннигиляции на внешних валентных электронах E можно также найти радиусы пор, используя только данные УРАФ. Для этого приведем выражение, связывающее энергию аннигилирующей электронно-позитронной пары с полной шириной на полувысоте [1]

$$E = 6,9 \cdot 10^{-2} (\theta_{1/2})_g^2 \quad (4)$$

Здесь E - энергия в эВ, а $(\theta_{1/2})_g$ - полная ширина кривой УРАФ на полувысоте в мрад.

Так для образцов кремния измеренная величина $(\theta_{1/2})_g$ составила 11,1 мрад и ей соответствует средняя энергия аннигилирующей электрон-позитронной пары, равная $E = 8,5$ эВ и обусловленная средней энергией электронов

внешней оболочки атома кремния на стенке поры, которую можно принять равной энергии электрона на внешней оболочке изолированного атома кремния. При этом учитывается, что до аннигиляции позитрон и позитроний успевают термализоваться и измеренная энергия определяется, в основном, энергией электрона. Табличное значение энергии для $Si(3p^2 - ^3P_0)$ электронной внешней оболочки кремния $E(Si) = 8,1517$ эВ [1]. Как видим, согласие этих величин энергий E и $E(Si)$ вполне удовлетворительное. Таким образом, позитроны аннигилируют в основном на внешних валентных электронах атомов кремния «стенки» поры. Можно полагать, что разность величин $E - E(Si) = 0,35$ эВ обусловлена вкладом энергии связи позитрона, находящегося в поре в энергию аннигилирующих электронно-позитронных пар. В этом случае для определения размера цилиндрических пор рационально использовать выражение (3)

$$R_c = \left(\frac{61,1}{E - E(Si)} \right)^{1/2}, \quad (5)$$

Здесь величины имеют размерности R_c в Å, E в эВ. Таким образом, при значении $E = E - E(Si) = 0,35$ эВ размер пор равен $13,2$ Å. Видим, что это значение размера пор примерно примерно в 2 раза меньше размера пор, определенного по энергии связи парапозитрония в поре.

На наш взгляд имеются две основные причины этих расхождений. Во-первых, глубина проникновения позитрония в объем кристаллического скелета пор гораздо больше, чем для позитрона. Во-вторых, окисленная поверхность пористого кремния имеет очень сложный состав и строение [2,3]. Поэтому позитрон локализуется именно в этой поверхностной пленке и претерпевает аннигиляцию именно в ней. Можно предположить, что определяющую роль играет процесс аннигиляции позитронов в слое SiO_2 , покрывающую поверхность пор в пористом кремнии. Поэтому можно принять в качестве величины ширины $(\theta_{1/2})_{g1} \approx 10,9$ мрад в аморфных окисленных пленках кремния [8]. Расчет по формуле (3) для этого значения $(\theta_{1/2})_{g1} \approx 10,9$ мрад дает значение энергии $E - E(Si) = 8,20 - 8,15 = 0,05$ эВ. Оценка по формуле (5) дает в этом случае значение размера пор $R \approx 35$ Å. Это значение радиуса пор близко к значению $R \approx 26,4$ Å, определенному по аннигиляционным характеристикам парапозитрония. Далее со значением $R_c \approx 16$ Å определили среднее значение сечения захвата позитрона дефектами $\sigma_{tr} \approx 10^{-14}$ см². Для оценок средних значений концентраций пор по формуле (4) приняли $k_{tr} \approx 7,9 \cdot 10^8$ с⁻¹, $\sigma_{tr} \approx 3,8 \cdot 10^{-13}$ см² и $v \approx 10^7$ см/с. Получили значение концентрации пор $N_{tr} = k_{tr} / v \cdot \sigma_{tr} = 2,1 \cdot 10^{14}$ см⁻³.

Зная общую пористость (45%) [2,3] и средний объем поры, можем оценить концентрацию пор из простых геометрических соображений и, сравнив ее с рассчитанной N_{tr} , проверить достоверность принятых приближений. Определенному нами среднему размеру пор $R_c \approx 3,5$ нм соответствует их средний объем $V_{tr} = \pi R_c^2 \cdot h \approx 3,8 \cdot 10^{-16}$ см⁻³ Здесь h - толщина слоя пористого кремния. Для случая «плотной упаковки» таких пор их концентрация исходя из величины общей пористости 0,45 могла бы быть равной $N_{tr}^G \sim 0,45 / (V_{tr} = 3,8 \cdot 10^{-16}) = 1,2 \cdot 10^{15}$ см⁻³. Расхождения

величины N_{tr}^G с нами определенной концентрацией $N_{tr} = 2,1 \cdot 10^{14}$ см⁻³ не очень велико, что говорит о правильности предложенной модели. Таким образом изученные методом позитронной аннигиляционной спектроскопии характеристики образца пористого кремния говорят о том, что здесь имеют место микропористые цилиндрические нанообъекты с размерами порядка 3,5 нм и концентрацией $\sim 10^{15}$ см⁻³.

1. В.И.Графутин, Е.П.Прокопьев, Ю.В.Фунтиков. Развитие методов позитронной аннигиляционной спектроскопии для определения размеров нанообъектов в пористых системах, дефектных материалах и наноматериалах. Physics-Online.ru/ Обсуждение современных проблем в мире физики/ Блог. Прокопьев Евгений Петрович. Рубрика: Химическая физика, физическая химия и материаловедение

http://www.physics-online.ru/php/paper.phtml?jrnid=null&paperid=8127&option_lang=rus

C11 ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

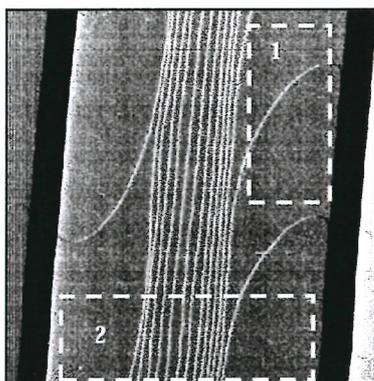
Е.Е. Родякина¹, С.С Косолюбов^{1,2}, А.В. Латышев^{1,2}

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
rodyakina@thermo.isp.nsc.ru

²Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

Были разработаны тестовые структуры на поверхности Si(111) со ступенями (высотой 0,31 нм), находящимися на расстоянии нескольких мкм [1]. Такая ширина террас, разделяющих ступени, позволяет уменьшить статистическую ошибку при определении уровня террас в десятки раз по сравнению с калибровкой по поверхности с регулярно расположенными ступенями [2].

В данной работе предлагается способ повышения точности калибровки z-сканера АСМ, основанной на измерении высоты антиэшелонных атомных ступеней [3] со счетным количеством ступеней в них (в пределах от одной до нескольких десятков). При отжиге образца в условиях квазиравновесия, используя разработанную нами систему плоского капилляра [4], антиэшелон формируется в центре между двумя соседними эшелонами, а расстояние между ступенями в антиэшелоне (на рис. ≈ 500 нм) достаточно для их подсчета даже при малых увеличениях калибруемого прибора. На рисунке представлено АСМ изображение (фазовый контраст) участка поверхности Si(111) 20x20 мкм², содержащий два эшелона (чёрные толстые полосы), антиэшелон ступеней (совокупность параллельных тонких серых линий) и отдельные ступени между эшелонами и антиэшелонами (светлые линии отходящие от антиэшелона). Обычно проводится калибровка на высоту 0,31 нм по области (1 на рисунке), содержащей одну ступень.



Принцип повышения точности калибровки состоит в следующем: измеряя высоту антиэшелона прибором (по области 2 на рисунке), откалиброванным по одной ступени с точностью δh_1 , необходимо её приравнять высоте ступени ($0,31$ нм), умноженной на количество ступеней N в антиэшелоне. После задания новых калибровочных коэффициентов точность измерения одной ступени будет $\delta h_2 = \delta h_1 / N$. Кроме того, можно принять высоту антиэшелона (в данном примере 4 нм) как эталон этой высоты с точностью δh_1 . Зная механизмы формирования приведённой выше микроморфологии поверхности можно задавать количество ступеней в антиэшелоне в широком интервале значений ($1-100$), следовательно подобрать необходимую точность измерения, либо эталон нужной высоты (кратный $0,31$ нм).

1. <http://www.ntmdt-tips.com/catalog/hopg.html>
2. Насимов Д.А. и др./ Вестник НГУ: Серия физика, 2009, Т.4, № 1, с. 47-55.
3. Latyshev A.V. et. al / Surf. Sci. 1994, Vol. 311, p. 395-403.
4. Rodyakina E.E. et. al / Mat. 15-th int. symp. "Nanostructures: physics and technology", p. 183, Novosibirsk, Russia, 2007.

C12 МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

С.В. Рыхлицкий¹, В.А. Швец¹, Г.Н. Вишняков², Г.Г. Левин²

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Академика Лаврентьева, 13
rhl@isp.nsc.ru

²ФГУП ВНИИОФИ, г. Москва

Эллипсометрия находит широкое применение для решения ряда практических и научных задач в нанoeлектронике, оптических технологиях, в биологии, медицине и других отраслях, где требуются прецизионные измерения параметров тонкоплёночных структур и характеристика границ раздела. На сегодняшний день существует большое разнообразие оптических схем для измерения эллипсометрических параметров и моделей эллипсометрической аппаратуры. Поэтому актуальной задачей является создание эталонов эллипсометрических углов и обеспечение единства эллипсометрических измерений.

Во ФГУП «ВНИИОФИ» создан и принят государственной комиссией в эксплуатацию «Государственный первичный эталон единиц эллипсометрических углов», который состоит из двух эталонных установок, предназначенных для

воспроизведения, хранения и передачи единиц эллипсометрических углов «Пси и Дельта». Методом прямых измерений единицы эллипсометрических углов передаются рабочим эталонам первого разряда - эллипсометрам и рабочим эталонам второго разряда - эталонным мерам (эллипсометрическим пластинкам). Эталонные меры представляют собой кремниевые пластины с выращенным слоем термического диоксида и служат промежуточным звеном для передачи единиц эллипсометрических углов рабочим средствам измерений (эллипсометрам) с целью осуществления их метрологической аттестации.

В ИФП СО РАН разработана технология получения термического диоксида кремния на кремниевой подложке с высокой оптической плотностью и высокой однородностью оптических свойств и толщины слоя по площади пластины. Рассмотрены различные варианты толщин окисного слоя, которые можно использовать при изготовлении эталонных пластин. Результаты измерений на пробных образцах показали, что параметры слоя (толщина и показатель преломления) остаются стабильными в течение длительного времени.

Приводятся результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик эталонных эллипсометрических кремниевых пластинок и обсуждается сопоставление полученных результатов с зарубежными исследованиями, проведенными в Национальном институте стандартов и технологий (NIST) США, Физико-техническом институте (PTB), Германия и в Национальной физической лаборатории (NPL), Англия.

Работа выполнена при проведении работ по Проектам Президиума РАН №27.10, 27.63, 27.67 и Интеграционным проектам СО РАН №41 и 76.

C13 ЭКСПРЕСС – ДИАГНОСТИКА БИОЧИПОВ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ МЕТОДОМ ОТОБРАЖАЮЩЕЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ

Е.В. Спесивцев¹, С.В. Рыхлицкий¹, В.Н. Кручинин¹, Д.В. Пышный², А.Н. Сняков²

¹Институт физики полупроводников СО РАН им. А.В. Ржанова

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
rhl@isp.nsc.ru, тел.: 8(383) 333-38-84,
факс: 8(383) 333-27-71

²Институт химической биологии и фундаментальной медицины СО РАН

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 8

В настоящее время одним из интенсивно развивающихся направлений в нанобиотехнологиях становится использование микрочиповых конструкций, получивших название биочипы. С помощью биочиповых устройств осуществляют анализ молекул ДНК, синтез необходимых нуклеотидных последовательностей для последующей сборки генов, биочипы часто используются в диагностических целях при исследовании реакций типа «антиген-антитело».

Эллипсометрический метод использован для диагностики как альтернатива традиционной флуоресцентной фотометрической методике. Это обусловлено высокой чувствительностью метода к изменению малых концентраций вещества на поверхности, неразрушающим и невозмущающим характером воздействия на образец; метод не требует специальной подготовки или модификации образцов и введения специфических меток в

состав макромолекул, являясь экспрессным и дешевым методом для поточной диагностики.

Основной эффект, позволяющий использовать метод в технологии биологических микрочипов, заключается в том, что участки поверхности, на которых произошло специфическое взаимодействие макромолекул с образованием ковалентных связей, имеют большую эффективную толщину.

Для экспресс-диагностики этих изменений использован отображающий эллипсометр, который снабжен фотоприемной матрицей и проецирующим объективом переносящим в ее плоскость изображение поверхности биочипа.

В основу прибора положена нулевая эллипсометрическая схема, которая наиболее всего подходит для такого рода измерений. Действие этой схемы основано на линейной связи угловых положений поляризационных элементов с эллипсометрическими параметрами измеряемой структуры при условии гашения сигнала на фотоприемнике.

Поскольку каждый микроэлемент биочипа несет свою информацию об оптической среде с отличными друг от друга оптическими свойствами, то каждый элемент фотоприемной матрицы будет воспринимать разный сигнал. Если при этом выбрать оптимальные положения поляризационных элементов для получения максимального контраста изображения, то детектируемые сигналы с каждого элемента матрицы будут прямо пропорциональны концентрации поверхностной биомолекулярной массы в каждой ячейке биочипа в результате биомолекулярного взаимодействия.

Чувствительность к изменению регистрируемой толщины слоя биомассы с помощью данного прибора составляет 0.1 нм или в переводе в поверхностную концентрацию биомолекулярной массы 0.02 микрограмм на см². Поверхностное разрешение составляет 10 мкм. Размер анализируемой области - 10x15 мм². Среднее время регистрации – 0,5 сек.

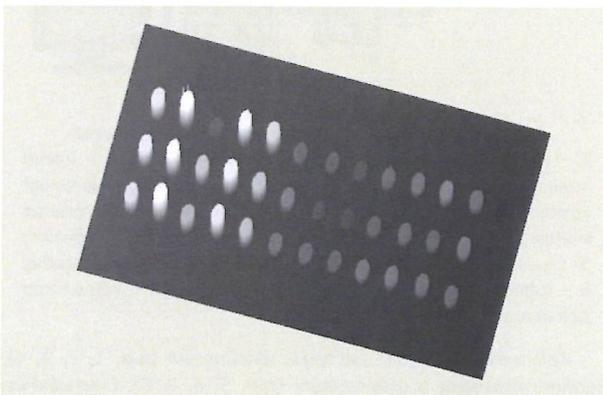


Рис. 1. Распределение поверхностной концентрации биомолекулярной массы на биочипе, измеренное на отображающем эллипсометре. Размер одного элемента 300 мкм.

Работа выполнена при проведении работ по Проекту Президиума РАН № 27.67 и Интеграционным проектам СО РАН № 41 и 76.

C14 ДИАГНОСТИКА МАГНИТНЫХ НАНОСТРУКТУР МЕТОДОМ МАГНИТОЭЛЛИПСОМЕТРИИ В ПРОЦЕССЕ РОСТА

С.В. Рыхлицкий¹, В.А. Швец¹, С.Г. Овчинников², Н.Н. Косырев², В.Н. Заблуда², Д.В. Шевцов²

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Академика Лаврентьева, 13
shvets@isp.nsc.ru

²Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, г. Красноярск

Разработка и создание полупроводниковых гетероструктур, включающих сверхтонкие магнитные слои, является перспективным направлением в современной нанoeлектронике. На основе таких структур можно создавать магнитные носители информации с высокой плотностью записи. Учитывая технологические особенности синтеза в условиях сверхвысокого вакуума и сверхмалые толщины слоёв (от субмонослойных покрытий до нескольких монослоёв) остро встаёт проблема контроля параметров выращиваемых структур в процессе их роста. Наиболее полно эта проблема может быть решена с помощью оптических методов, в частности, методов, основанных на анализе поляризационных характеристик отражённого света.

Нами разработан и создан вакуумно-аналитический комплекс для полной магнитоэллипсометрической *in situ* диагностики многослойных магнитных структур. Комплекс представляет собой сверхвысоковакуумную камеру для выращивания магнитных структур со встроенным электромагнитом, оснащённую спектральным магнитоэллипсометром, в основе которого лежит статическая схема. Прибор может работать как в режиме эллипсометра, так и в режиме измерения магнитооптических характеристик поверхностного эффекта Керра, который проявляется в слабом повороте вектора поляризации отражённой волны. Спектральный диапазон измерений 350 – 1000 нм, спектральное разрешение 3 нм. Для повышения точности магнитооптических измерений проводится накопление данных при модуляции магнитного поля. Переключение в эллипсометрический и магнитооптический режимы осуществляется изменением азимутальных положений поляризационных элементов. Из анализа эллипсометрических данных, полученных в процессе роста, можно определять характер взаимодействия молекулярных потоков с подложкой и механизм роста, измерять скорость роста слоёв, их кристаллическую модификацию, качество межфазных границ и другие характерные параметры. Измеряя магнитооптический отклик, можно определять степень магнитной упорядоченности растущих слоёв, исследовать величину намагниченности и коэрцитивной силы в зависимости от условий роста, приложенного магнитного поля, температуры, структурных факторов и пр.

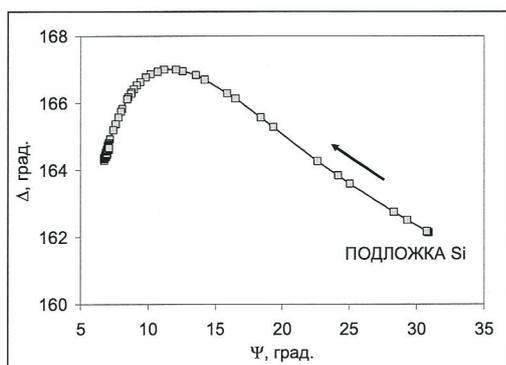


Рисунок 1

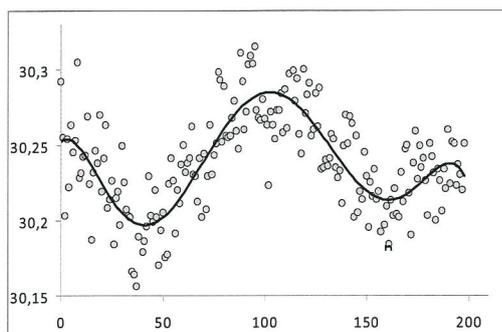


Рисунок 2

На рис.1 показаны изменения эллипсометрических параметров, измеренных в процессе роста плёнки Fe на подложке Si. Из этой зависимости была найдена скорость роста и установлена толщина выросшей плёнки $d=6$ нм. На этом же образце проведены магнитооптические измерения. К образцу прикладывалось переменное магнитное поле частотой 25 Гц, изменение магнитооптического отклика за период модуляции показано на рис.2. По горизонтальной оси отложен порядковый номер отсчёта. Амплитуду магнитного поля постепенно увеличивали, пока отклик не приобретал синусоидальную форму. Это означало, что при данной напряжённости (в нашем случае при 0.23 мТл) наблюдается насыщение намагничённости. Эти измерения показывают, что растущие слои обладают магнитными свойствами и позволили оценить величину коэрцитивной силы.

Приведены и обсуждаются технические характеристики и функциональные возможности представленного аналитического магнитоэллипсометрического комплекса, рассматриваются вопросы особенностей его метрологического обеспечения.

Работа выполнена в рамках программы 4.1 ОФН РАН "Спинтроника", программы Президиума РАН 27.10, интеграционного проекта СО РАН и ДВО РАН 22, федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 годы" (код проекта: НК-744П/ГК П1185, программы Лаврентьевского конкурса поддержки молодежных проектов СО РАН

C15 ПРЕЦИЗИОННЫЙ КОНТРОЛЬ
БИОНАНОТЕХНОЛОГИЙ МЕТОДОМ
ПЛАЗМОН-ЭЛЛИПСОМЕТРИИ
С.В. Рыхлицкий¹, С.Е. Пельтек², М.И. Воевода³,
В.Н. Кручинин¹, Е.В. Спесивцев¹, В.А. Швец¹,
¹Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск,
пр-т Академика Лаврентьева, 13
rhl@isp.nsc.ru
²Институт цитологии и генетики СО РАН,
г. Новосибирск
³Институт терапии СО РАМН, г. Новосибирск

В арсенале прецизионной диагностики процессов бионанотехнологии одним из многообещающих является подход, основанный на спектральном эллипсометрическом анализе отраженного поляризованного света в условиях поверхностного плазмонного резонанса (ППР) при полном внутреннем отражении. Это обеспечивает беспрецедентно высокую чувствительность к особенностям состояния биоорганических сред на поверхности и в приповерхностной области нанослоев металла.

Схема разработанного в ИФП СО РАН ППР-комплекса для мониторинга биоорганических сред во времени с высокой чувствительностью и скоростью в широком диапазоне длин волн и температур показана на рис. 1.

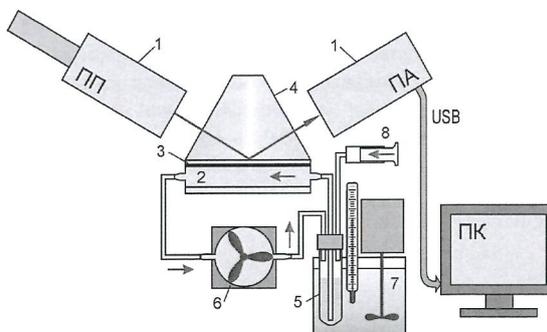


Рис. 1. Схема эллипсометрического ППР-комплекса.

1 – спектральный эллипсометр «Эллипс-1771» (ПП – плечо поляризатора, ПА – плечо анализатора, ПК – персональный компьютер (связь по интерфейсу USB); 2 – измерительная ячейка; 3 – стеклянная пластина со слоем золота; 4 – призма; 5 – буферная емкость с исследуемым раствором; 6 – перистальтический насос; 7 – термостат; 8 – устройство для ввода пробы.

Комплекс включает системы измерения (п.п. 1, 2, 3, 4), пробоподготовки и циркуляции (п.п. 5, 6, 7, 8). Считывание сигнала осуществляется через призму (4) с поверхности пластины (3), покрытой резонансным слоем золота (схема Кречмана). Принцип ППР-детекции состоит в фиксации резонансного поглощения света, обусловленного взаимодействием света с электронным газом металла и известное как поверхностный плазмонный резонанс. Спектральное положение максимума поглощения ППР зависит от оптических свойств материала призмы, металла, среды, находящейся под металлической пленкой и от значения угла падения луча света на образец. Условие наблюдения ППР записывается следующим образом.

$$n \cdot \sin \varphi_0 = \sqrt{\frac{\epsilon_{met} \cdot \epsilon_{env.}}{\epsilon_{met} + \epsilon_{env.}}}, \quad (1)$$

где ϵ_{met} и $\epsilon_{env.}$ – константы диэлектрической проницаемости для металла и жидкой среды в приповерхностном слое

соответственно, Φ_0 – значение угла падения луча света на образец, n – показатель преломления материала призмы.

Оценки, выполненные по уравнению (1), показывают, что если принять чувствительность эллипсометра ~ 0.01 угл. град., то вблизи условий наблюдения ППР можно фиксировать изменения показателя преломления до $\Delta n \sim 0.000001$, что увеличивает чувствительность эллипсометрии почти на 2 порядка.

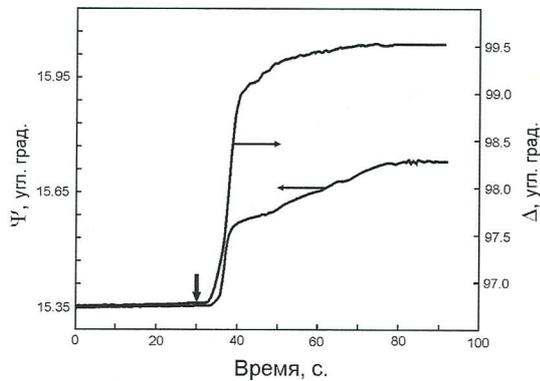


Рис. 2. Кинетические кривые зависимостей эллипсометрических углов $\Psi(t)$, $\Delta(t)$ при адсорбции бромистого этидия (раствор 1 мкг/мл) на предварительно модифицированную сернистыми соединениями поверхность золота

На рис. 2 показаны кинетические кривые $\Psi(t)$, $\Delta(t)$, полученные в работе при взаимодействии бромистого этидия с предварительно модифицированной сернистыми соединениями поверхностью золота. Наблюдаемое изменение $\delta\Delta \sim 2.5$ угл. град. соответствует увеличению эффективной толщины биоорганической пленки на ~ 0.8 нм, что соответствует монослойному покрытию поверхности. Процесс взаимодействия бромистого этидия имеет две стадии. Быстрая стадия протекает за $\sim 5-7$ сек., однако при этом адсорбируется $>50\%$ вещества. Медленная стадия длится $\sim 40-50$ сек.

Высокая чувствительность эллипсометрического ППР-анализа может сыграть решающую роль при биочиповом определении минимальных концентраций специфических маркеров распространенных заболеваний, что имеет важнейшее значение для ранней диагностики риска сердечно-сосудистых заболеваний.

Работа выполнена при проведении работ по Проекту Президиума РАН № 27.63.

C16 ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФфуЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБЪЕКТОВ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Н.С. Козлова, М.И. Петржиц, Н.А. Симинел
Национальный Исследовательский
Технологический Университет «МИСиС», Москва
siminel.n@gmail.com

Оптическая спектроскопия – эффективный и удобный метод оценки качества и параметров материалов. Большим недостатком данного метода является высокие требования к исследуемым материалам: высокий класс полировки; параллельность граней. Однако прикладные задачи часто связаны с необходимостью изучения оптических свойств материалов и отсутствием возможности выполнить вышеуказанные требования.

Исключительную важность приобретают открывшиеся к настоящему времени широкие перспективы применения отражения света для исследования состава и структуры вещества и происходящих в нем физических процессов. Отсюда, естественно, понятен повышенный интерес к внутреннему механизму явления и бурный рост количества исследований в данной области.

В работе проведен анализ возможностей использования спектроскопии диффузного отражения для исследования различных материалов, в том числе объектов нанотехнологий. Традиционно метод диффузного отражения используется для анализа порошковых образцов.

Часто бывает необходимо знать вид спектральной зависимости коэффициента поглощения материала, но в связи с конфигурацией образца невозможно измерить его прямым методом (исследуемый объект – порошок, сильно поглощающий материал или эпитаксиальный слой). По спектру диффузного отражения образца можно определить спектральный ход и форму кривой поглощения. Оптимальная функция, лучше всего передающая ход изменения коэффициента поглощения предложена исследователями Кубелкой и Мунком [1]:

$$f(R_{\infty}) = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = \frac{k}{s}$$

R_{∞} – коэффициент диффузного отражения; k – коэффициент поглощения; s – коэффициент рассеяния.

Все исследования в данной работе производились на спектрофотометре «Cary 5000 UV-Vis-NiR», оснащенного приставкой «DRA-2500», которая представляет собой оптическую скамью с расположенным на ней фотометрическим шаром, диаметром 150 мм, работающим как приемник. Фотометрический шар предназначен для сбора и измерения электромагнитного излучения отраженного от образца или прошедшего через него. Данная приставка позволяет измерять спектры пропускания, поглощения, жидких, твердых, рассеивающих и шлифованных образцов, а также спектры отражения полированных и шлифованных твердых образцов, порошков.

Была создана методика измерений (МВИ) коэффициента диффузного отражения различных материалов. Метрологическая проработка методики была проведена с использованием стандартных образцов предприятия (СОП), изготовленных из Al и $\text{CaMoO}_4:\text{Er}^{3+}$. Данные материалы были выбраны в качестве СОП в связи с тем, что для Al существуют справочные данные по спектральной зависимости коэффициента диффузного отражения. Наличие эрбия в структуре CaMoO_4 определяет появление многочисленных острых пиков отражения на спектральных зависимостях КДО, что позволяет контролировать точность установки длин волн спектрофотометра.

Проведены сравнения спектральных зависимостей пропускания и диффузного отражения для полированного и шлифованного образца $\text{CaMoO}_4:\text{Er}^{3+}$, измеренных по разработанной методике. Результаты измерений демонстрируют полное совпадение пиков на спектральных зависимостях КДО шлифованного и полированного образцов с наблюдаемыми на спектральных зависимостях пропускания. Исследования наноструктурированных титан – содержащих покрытий, толщиной 1-2 мкм на различных подложках показывает чувствительность метода к величине зерна.

Исследование спектральных зависимостей КДО с использованием функции Кубелки – Мунка подтвердило полное совпадение со спектральными зависимостями коэффициента поглощения, что дает возможность

определить численное значение коэффициента поглощения на заданной длине волны по значению КДО.

Эти результаты подтвердили возможность использования метода диффузного отражения для исследования монокристаллических материалов и материалов нанотехнологий.

1. Иванов В.М. и др. Концентрирование молибдена (VI) на анионо-обменнике АВ-17 в виде смешанолигандных соединений С о,о'-диоксиазосоединениями и гидроксиламином – Вестн. Моск. Ун-та.сер.2. Химия.1998. Т.39. №4

C17 РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ И НЕРАЗРУШАЮЩИХ МЕТОДОВ ЛОКАЛЬНОГО КОНТРОЛЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НАНОРАЗМЕРНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ОБЛАСТЕЙ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ

[А.М. Тагаченков](#), [Е.В. Зенова](#), [Е.М. Еганова](#),
[А.А. Дудин](#)

Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва, Ленинский проспект, 32А
alexmitag@yandex.ru

Среди разнообразных проблем создания и аналитической диагностики современных наноматериалов и наноустройств на основе кремния особое место занимают физико-химические аспекты изучения объектов современной микроэлектроники. К таковым относятся сверхбольшие интегральные схемы (СБИС), являющиеся на сегодня основой большинства информационных систем. В связи с этим возрастают требования как к технологическому оборудованию и способам производства наноразмерных СБИС, так и к методам контроля изделий на стадии разработки, проведения испытаний на надежность, а в ряде случаев и на оценке степени обеспечения информационной безопасности.

Настоящая работа направлена на создание методов диагностики электрофизических и морфологических свойств интегральных микросхем, основанных на применении острогофокусированного (~7 нм) ионного зонда и сканирующей зондовой микроскопии.

Из-за зависимости получаемых результатов сразу от нескольких свойств образца потребовалось создание тестовых образцов с известными физическими свойствами и проведение комплекса измерений, что позволило осуществить калибровку аппаратных средств и с хорошей достоверностью интерпретировать результаты исследований.

В качестве разрабатываемого метода контроля электрического потенциала был выбран бесконтактный метод, реализуемый с помощью сканирующей зондовой микроскопии в режимах электростатической моды или метода зонда Кельвина. Принципиальным вопросом, решенным в данной работе, являлась разработка неразрушающего метода контроля электрического потенциала, который реализуется не только бесконтактным методом, но и осуществляется через защитные или изолирующие диэлектрические слои без вскрытия в них окон для контроля потенциала.

Комплекс проведенных исследований показал, что независимо от состава диэлектрических слоев, экранирующих токопроводящих элементов вплоть до толщин диэлектрика в 1,5 мкм имеется возможность бесконтактного

неразрушающего контроля электрического потенциала на поверхности шины с чувствительностью не хуже 100 мВ. При этом установлено наличие связи между чувствительностью метода, толщиной диэлектрика и уровнем потенциала на экранированной диэлектриком шине, значение которого соответствовало типовым напряжениям на кристалле интегральной микросхемы. Все измерения с целью построения калибровочных зависимостей проводились на специально разработанных и изготовленных тестовых структурах (Si – Pt – диэлектрик (TEOS)) на воздухе (рис. 1).

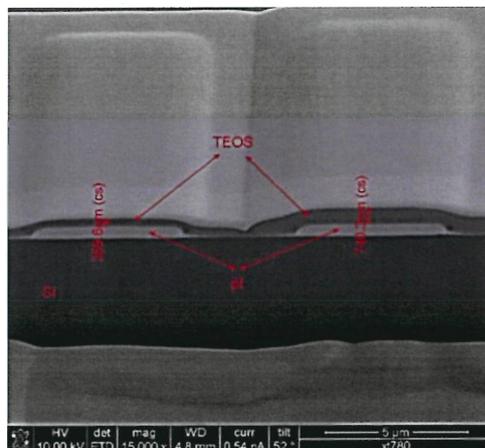


Рис. 1 Изображение фрагмента тестовой структуры

На этих образцах (рис. 1) проводились исследования чувствительности сканирующей зондовой микроскопии при работе в электростатической моде и методе зонда Кельвина. Значения толщины диэлектрика составляли от 0,20 мкм до 1,20 мкм. На рис. 2 приведена зависимость выходного сигнала в методе зонда Кельвина (U_0) от напряжения, подаваемого на образец ($U_{вх}$), для различных толщин диэлектрика d .

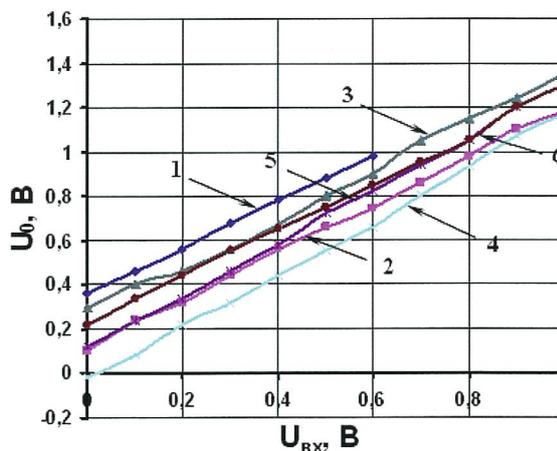


Рис. 2 Зависимость выходного сигнала МЗК моды (U_0) от напряжения, подаваемого на образец ($U_{вх}$), для различных толщин диэлектрика 1 – $d=0,20$ мкм; 2 – $d=0,35$ мкм; 3 – $d=0,50$ мкм; 4 – $d=0,70$ мкм; 5 – $d=0,90$ мкм; 6 – $d=1,20$ мкм.

C18 СОЗДАНИЕ ПЛОТНОУПАКОВАННЫХ, ПЕРИОДИЧЕСКИХ НАНОСТРУКТУР С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОЙ ЛИТОГРАФИИ

Д.Е. Уткин, Д.А. Насимов, А.В. Латышев

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН, г. Новосибирск,
пр-т Ак. Лаврентьева 13, 630090
utkin_dima@mail.ru

Развитие ряда современных технологий, требует не только создания структур пониженной размерности, но и их плотную упаковку; при этом необходимо обеспечить соответствующую точность, как при создании, так и при диагностике таких структур. Поэтому, существует необходимость в калибровке средств измерений, к примеру по тест-объекту, которым может служить периодическая структура с известными размерами. Одним из наиболее перспективных методов для формирования таких структур является электронная литография остроструктурированным пучком.

Методом электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ) на литографе RAITH 150 в слое PMMA резиста толщиной 100 нм, нанесенном на кремниевую подложку, была создана маска представляющая собой периодически (период до 100 нм) расположенные структуры (рис.1) диаметром до 50 нм.

Разработанная методика позволяет за времена порядка 60 мин, создавать массивы из 108-109 элементов. Эффект близости, главным образом ограничивающий метод ЭЛЛ (в особенности для близкорасположенных наноструктур), минимизировался за счет оптимальных, экспериментально установленных параметров литографа, высококонтрастного резиста.

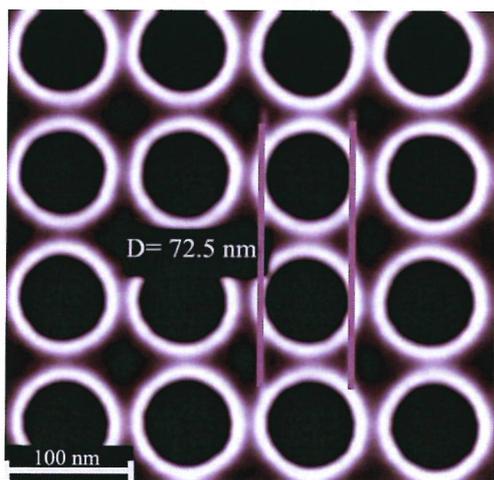


Рис. 1. СЭМ-изображение участка массива из плотноупакованных элементов на кремнии; черные круги – отверстия, светлые кольца – рассеяние электронов на краях отверстий.

Затем, образец был вновь помещен в литограф для диагностики в режиме СЭМ.

Контроль над периодичностью расположения структур в массиве осуществлялся с помощью встроенных средств литографа – лазерного интерферометра, обеспечивающего точность позиционирования с шагом менее 60 нм. После чего образец был подвергнут плазмохимическому травлению для переноса маски в подложку. В результате, созданная структура с известными размерами, может служить тест-объектом для калибровки средств микро - (нано) диагностики с погрешностью не превышающей 60 нм на 1 мм.

C19 СТРУКТУРНЫЕ НЕОДНОРОДНОСТИ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНКА Co₅₀Pd₅₀ И Fe₈₆Mn₁₃C С КВАНТОВЫМИ ТОЧКАМИ

Р.Б. Абылкалыкова¹, М.С. Рахимова¹,
В.В. Казанцева²

¹ Восточно-Казахстанский технический университет
им. Д. Серикбаева, г. Усть-Каменогорск, Казахстан,
070010, ул. Серикбаева, 19

rabylkalykova@mail.ru

² Сибирский федеральный университет,
г. Красноярск, 660041, пр. Свободный, 79

Исследуются нанокристаллические пленки Co₅₀Pd₅₀ и Fe₈₆Mn₁₃C, обладающие уникальными физическими свойствами за счет образования в их структуре изолированных нанообъектов, свойства которых существенно отличаются от свойств пленочного материала. Одним из направлений, использующих уникальные магнитные и магнитооптические свойства пленочных материалов является создание светодиодов нового поколения на квантовых точках, управляемых магнитным полем. В работе [1] представлено устройство полностью неорганического тонкопленочного светодиода на квантовых точках из оксида никеля. Мы предлагаем взять за основу для создания квантовых точек металлические магнитные аморфные пленки Co₅₀Pd₅₀ и Fe₈₆Mn₁₃C. Химический состав тонкопленочных образцов контролировали методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа в установке Pioneer с точностью измерения 0,003 ат.%. Оптические спектры для тонкопленочных образцов получены в спектрометре Shimadzu. Тонкопленочные образцы Co₅₀Pd₅₀ и Fe₈₆Mn₁₃C получены высокоскоростным осаждением сплавов на подложки из SiO₂ в вакууме 10⁻⁵ мм.рт.ст. в установке ВУП-4. На рисунке 1 микрофотография пленки Co₅₀Pd₅₀, полученная после взаимодействия ее с электронным лучом в просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-200 при ускоряющем напряжении 125 кV с разрешающей способностью 8 Å.

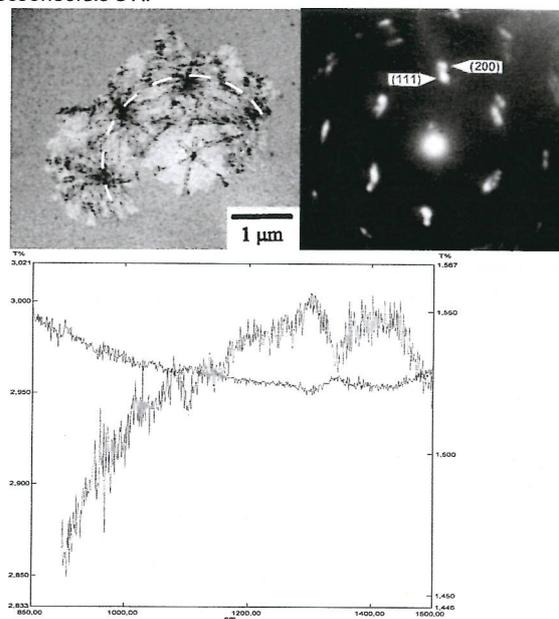


Рис. 1. Микрофотография (а) и картина микродифракции (б) для пленки Co-Pd, полученной после взаимодействия с электронным лучом, (в) спектр поглощения и пропускания для пленки Co-Pd с пиком на длине волны 1300 нм

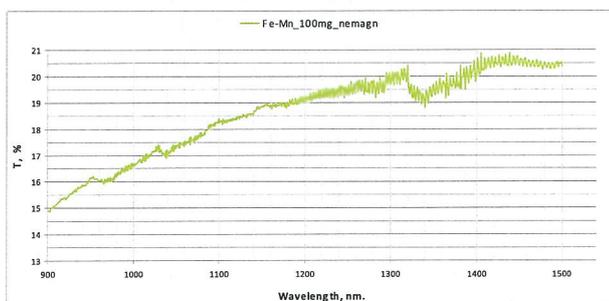
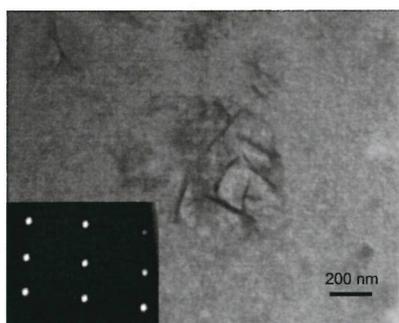


Рис. 2. Микрофотография и картина микродифракции для пленки $Fe_{86}Mn_{13}C$ после криомеханической обработки (а), спектр поглощения для пленки $Fe_{86}Mn_{13}C$ с пиком на длине волн 1320 нм (б)

Видно формирование квантовых точек, как центров (полюсов) образования изгибных контуров. Темные нанообъекты, содержащиеся в структуре нанокристаллических пленок $Co_{50}Pd_{50}$, обладают тетраэдрически плотноупакованными структурами Франка-Каспера. Размеры участков составляют от нескольких до десятков нанометров. Характер спектра поглощения можно связать с особенностями электронной структуры металлических нанокристаллов с ковалентной связью, которая создает сильно локализованные электронные состояния. Подобные результаты получены и в пленках $Fe_{86}Mn_{13}C$. На рисунке 2 представлена микрофотография пленки $Fe_{86}Mn_{13}C$ после криомеханической обработки в жидком азоте.

Видны изгибные контуры и монокристаллические участки, сформированные под действием внутренних напряжений. Различие в температурных коэффициентах расширения пленки и подложки при криомеханической обработке жидким азотом, создает внутреннее напряжение, значительно превышающие модули упругости и сдвига в пленочном материале. Спектр поглощения для пленки $Fe_{86}Mn_{13}C$ содержит в длинноволновой части спектра (при длине волны 1320 нм) различимый пик. Расчеты для нанокристаллитов $Fe_{87}Mn_{13}$, проведенные методом рассеянных волн [2], показали наличие энергетических щелей в спектрах плотности электронных состояний для нанокристаллитов, имеющих структуры Франка-Каспера, которые являются ферромагнитными, а матрица $Fe_{86}Mn_{13}C$ антиферромагнитна. Соседство фаз с различным магнитным порядком создает неоднородность магнитной структуры.

- [1] Ben Mashford, All-Inorganic Quantum Dot-LEDs Formed via Low-Cost, Wet Chemical Processing, The University of Melbourne, Cancun, December 2008.
- [2] L.I. Kveglis, R.B. Abylkalykova, F.M. Noskov, V.G. Arhipkin, V.A. Musikhin, V.N. Cherepanov, A.V. Niavro, Local electron structure and magnetization in β - $Fe_{86}Mn_{13}C$. Superlattices and Microstructures, 2009.

C20 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РЕЗИНОВОГО ПОРОШКА, ПОЛУЧАЕМОГО МЕТОДОМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СДВИГОВОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ.

О.Е. Бочарова

Учреждение Российской академии наук Институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, г. Москва, ул. Косыгина, д.4
ximfizika@mail.ru

Одним из современных способов переработки отработанных РТИ и шин является способ высокотемпературного сдвигового измельчения (ВСИ). В результате такой переработки получается материал, активный порошок дискретно девулканизованной резины (АПДДР), с развитой поверхностью.[1] О чем свидетельствуют данные таблицы 1.

Таблица 1. Значения удельной поверхности в зависимости от способа измельчения

Способ измельчения	Удельная поверхность (по методу БЭТ) $S_{уд}$, м ² /г
ВСИ	0,5±0,6
Каскадный	0,2±0,3
Озонный	0,3

Резиновый порошок, получаемый методом ВСИ, относится к классу дисперсных материалов, частицы которого представляют собой некий агломерат, состоящий из связанных между собой химическими связями элементов, размер которого меньше 500 мкм. Такие агломераты обладают сложной организацией поверхности.

Актуальной задачей является количественный метод оценки степени развитости поверхности резинового порошка, полученного методом ВСИ, на основе анализа его фрактальной размерности, т.к. геометрия такого эластичного наполнителя не может быть описана традиционной геометрией Евклида [2].

Фрактальная размерность является характеристикой формы объектов системы и может быть измерена различными экспериментальными методами (сканирующая зондовая микроскопия, атомно-силовая микроскопия и т.д.) [3].

Существует много способов математической обработки экспериментальных данных, но одним из распространенных способов экспериментального исследования фрактальной природы частиц, помещенных в двумерное пространство, является анализ их электронно-микроскопических изображений.[4]

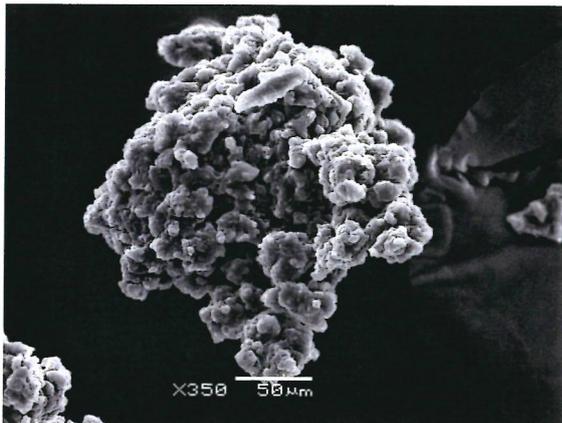


Рис. 1. Микрофотография частицы резинового порошка, получаемого методом ВСИ

Определение фрактальной размерности частиц резинового порошка, получаемого методом высокотемпературной сдвиговой измельчения, является количественной характеристикой и эффективным показателем, характеризующим особенности морфологии.

Список литературы:

1. Н.С. Ениколопов, А.М. Хачатрян, А.Ю. Кармилов, В.Г. Никольский //Высокомолекулярные соединения, 1988 . Т. XXXI, №11. С. 2624-2631.
2. Б. Манделъброт, «Фрактальная геометрия природы», М: Институт компьютерных исследований 2002 г., с. 665.
3. Н.Н. Герасименко, С.А. Апрельов // Российские нанотехнологии, 2007. Т. 2, №1-2. С.136-139.
4. Е.П. Емец, А.Э. Новоселова, П.П. Полуэктов // Успехи физических наук, 1997. Т. 164, №9. С. 951-966.

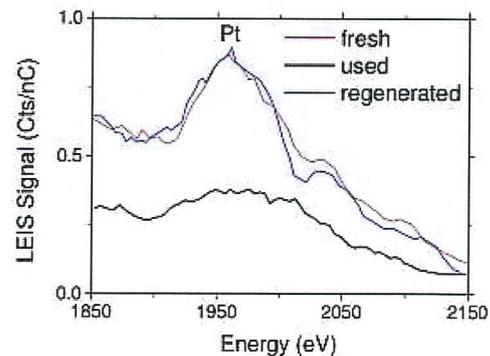
C21 РАССЕЙАНИЕ МЕДЛЕННЫХ ИОНОВ (LEIS): НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ В ИССЛЕДОВАНИИ КАТАЛИЗАТОРОВ

И.С. Бредихин

Technoinfo Ltd, г. Москва, Кутузовский пр., д. 9, корп. 2а, 77
ivan.bredikhin@technoinfo.ru

При работе катализаторов все процессы взаимодействия происходят исключительно с верхним монослоем. Чтобы получить представление об этих процессах, необходимо использование экстремально поверхностно-чувствительного метода анализа. Метод рассеяния медленных ионов является уникальным количественным масс-чувствительным методом, позволяющим осуществлять элементный анализ именно верхнего атомного слоя без примесей любых других слоев.

Метод позволяет решать множественные проблемы связанные с работоспособностью катализаторов, о которых и будет вестись рассказ. Одной из таких проблем, связанных с использованием катализаторов, является их дезактивация. Данный пример показывает степень влияния холодного запуска двигателя на характеристики трехкомпонентного каталитического нейтрализатора обработавших газов.



Данные катализаторы состоят из платины и родия, расположенных на оксиде-носителе. На спектре поверхности «свежего» катализатора, полученном при помощи метода LEIS, виден четкий пик платины. При использовании катализатора в условиях холодного запуска двигателя данный пик исчезает, поскольку платина покрывается коксом. Платина, покрытая коксом, не может использоваться для каталитической реакции, что приводит к ухудшению характеристик катализатора. Удаление кокса может быть выполнено в процессе регенерации катализатора. После регенерации катализатора платина очищается и снова может участвовать в каталитической реакции, а характеристики катализатора восстанавливаются.

C22 НАНОСИСТЕМЫ Ag/НОРГ С УЗКИМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРУ

Д.В. Демидов, И.П. Просвирина, А.М. Сорокин, В.И. Бухтияров

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5
demidoff@catalysis.ru

Работа посвящена приготовлению модельных Ag/ВОПГ катализаторов с варьируемым размером серебряных частиц в нанометровом диапазоне для изучения размерных эффектов в реакции окисления этилена. Образцы Ag/ВОПГ готовили методом термического напыления Ag на подложку в вакууме. Размер частиц серебра регулировали путем изменения параметров напыления. Было показано, что поверхностные дефекты носителя играют ключевую роль в стабилизации металлических наночастиц. На атомарно-гладких террасах графита частицы металла мобильны при нагревании до 250 °С имеют тенденцию к агрегации вблизи ступенек, которые являются естественными дефектами поверхности. Высокая подвижность частиц обусловлена слабым взаимодействием металл-носитель. Создание искусственных дефектов на поверхности ВОПГ путем мягкой бомбардировки ионами Ag⁺ позволяет получать устойчивые к спеканию до 250 °С наночастицы серебра с достаточно узким распределением по размеру (рис. 1).

Расположение металлических наночастиц на поверхности, а также количество металла, которое может быть закреплено, определяется плотностью поверхностных дефектов. Было обнаружено, что серебро способно проникать вглубь графита. Вероятно, что бомбардировка поверхности ионами Ag⁺ приводит не только к возникновению точечных дефектов, но и к разрыхлению верхних графеновых слоев, создавая возможность инеркаляции серебра. Окончательная стабилизация наночастиц происходит после прогрева при температуре

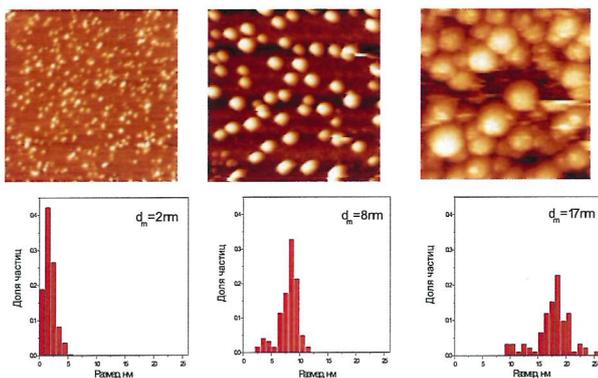


Рис. 1. 100×100 СТМ изображения и соответствующие им распределения по размерам для наночастиц серебра на дефектной поверхности ВОПГ с соотношениями Ag/C = 0,13 (а), 0,40 (б), 0,80 (в), после прогрева в вакууме 250 °С.

выше 300 °С, вследствие «залечивания» дефектов пирографита.

На основе проведенных экспериментов предложена методика приготовления стабильных Ag/ВОПГ катализаторов с варьируемым размером металлических частиц. Процедура приготовления включает последовательные стадии создания дефектов на поверхности пирографита, напыления металла и прогрева в вакууме при температуре не менее 300 °С для стабилизации металлических наночастиц.

Работа поддержана Итеграционным проектом №9 СО РАН.

C23 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОПОР В УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ, ПОЛУЧЕННЫХ НА ОСНОВЕ ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛА, МЕТОДАМИ АДсорбЦИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

В.А. Дроздов^{1,2}, Ю.Г. Кражев^{1,2}, М.В. Захарова², Т.И. Гуляева², М.В. Тренихин², В.А. Лихолобов^{1,2}

¹ОНЦ СО РАН,

²ИППУ СО РАН,

drozdov@ihcp.oscsbras.ru

Получены углеродные волокнистые материалы (УВМ) после стадии активации при различных условиях, окисленных при 200-300 °С ПАН-волокно, с широким спектром физико-химических свойств.

Адсорбционным методом из анализа измеренных изотерм стандартных адсорбтивов N₂ (при 77К) и CO₂ (при 273К) с применением методик расчетов по классическим адсорбционным уравнениям, методикам сравнительного анализа и статистического метода нелокальной теории функционала плотности (NLDFТ) установлено, что действительно по разрабатываемому способу синтеза возможно получение нанопористых углеродных материалов с широкой вариацией текстурных характеристик:

– микропористые и ультра-микропористые материалы (ширина пор до 2 нм и до 0.7 нм соответственно);

– мезопористые материалы с различной модальностью распределения пор в области размеров 2-10 нм;

– материалы с развитой микро- и мезопористостью с полимодальным распределением пор по размерам в интервале 0.5-5 нм (рис.1 и 2).

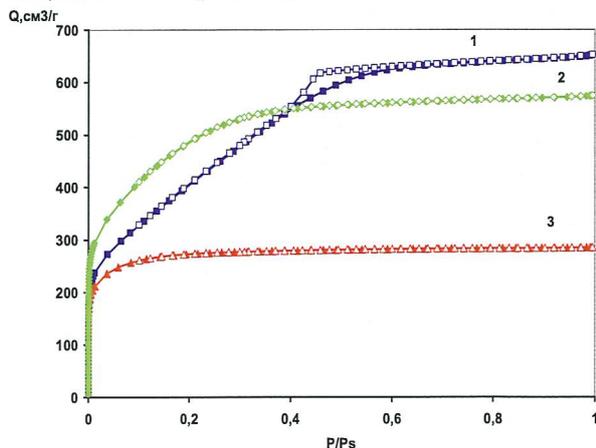


Рис.1. Изотермы адсорбции-десорбции азота при 77 К (прибор ASAP-2020, "Micromeritics") на синтезированных углеродных волокнистых материалах (УВМ):

1- УВМ_{мезо-}, 2- УВМ_{мезо-, микро-}, 3- УВМ_{микро-}

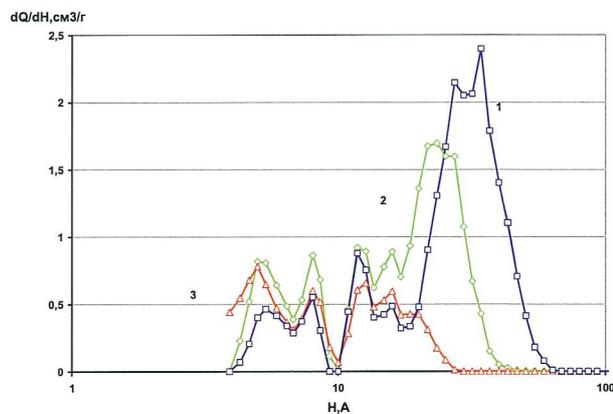


Рис.2. Кривые распределения пор по размерам (метод NLDFТ) в исследуемых образцах УВМ:

1- УВМ_{мезо-}, 2- УВМ_{мезо-, микро-}, 3- УВМ_{микро-}

С привлечением данных сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии (СЭМ и ПЭМ) предложена модель формирования пористого пространства углеродных волокон, отражающая, что образование упорядоченной нанопористой (микро- и мезо-) структуры может происходить только внутри отдельных фибрилл за счет процессов активации внутреннего объема через участки их сколов (рис.3 и 4).

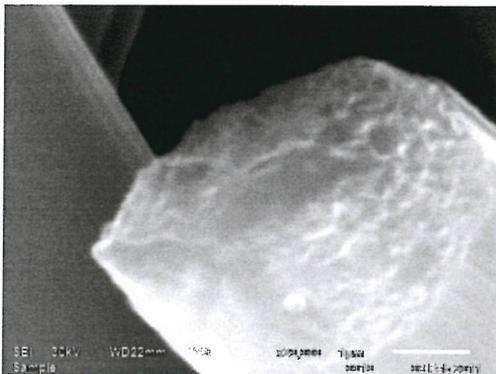


Рис.3. СЭМ-изображение образца УВМ, полученное на микроскопе JSM-6610LV, "JEOL"

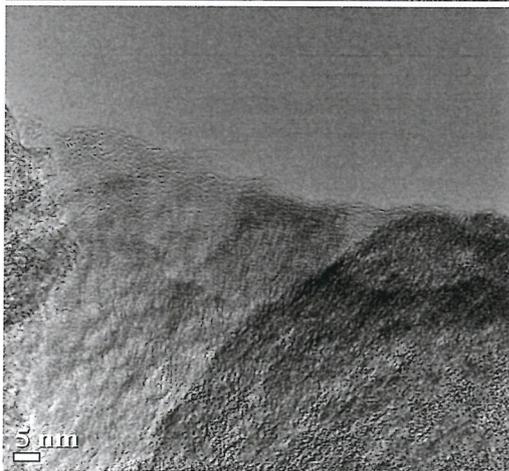
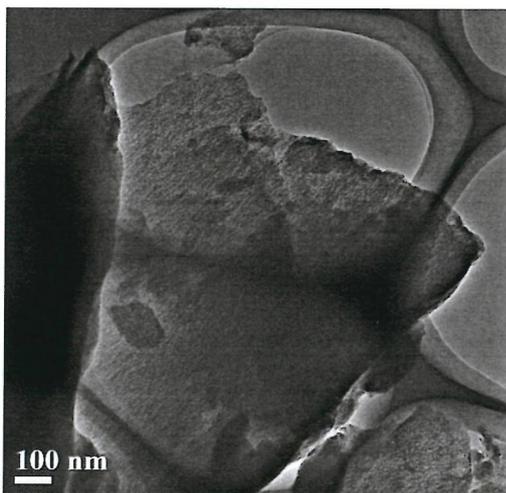


Рис.4. ПЭМ изображения образца УВМ, полученные на микроскопе JSM-2100

C24 ИСКРОВОЙ ПРОБОЙ ТОНКИХ ПЛЕНОК $g\text{-As}_2\text{Se}_3$

Е.М. Еганова¹, Э.Н. Воронков²

¹Учреждение Российской академии наук Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва, Ленинский проспект, 32А

eganovaem@mail.ru

²Московский энергетический институт (Технический университет), Москва

Исследование импульсного пробоя в тонких пленках халькогенидных стеклообразных полупроводниках (ХСП) описано в [1, 2], где показано, что такой пробой имеет целый ряд особенностей по сравнению с пробоем в монокристаллических полупроводниках. Применение в данной работе другого, по сравнению с [1, 2] метода возбуждения разряда позволило обнаружить ряд эффектов не наблюдавшихся ранее. В данной работе у одного из электродов возбуждалась искра, которая проникала в образец и вызывала эффекты, захватывающие большую поверхность образца, поэтому этот тип пробоя был назван искровым. Наблюдаемый эффект внешне аналогичен поверхностному пробое. Отличие искрового пробоя от поверхностного, заключается в том, что в поверхностном пробое искра не проходит через диэлектрик, и не оставляет следов во втором электроде.

Методика инициации пробоя была следующая: на поверхность пленки устанавливался зонд из карбида вольфрама; на зонд относительно проводящего покрытия подложки подавалось напряжение, близкое к напряжению пробоя пленки; после чего зонд поднимался на высоту, примерно несколько микрон. При этом возникал искровой пробой воздушного промежутка, который распространялся в пленку ХСП и нижний электрод.

Экспериментальные результаты

На рис. 1 показана диаграмма, демонстрирующая распространение искрового пробоя вдоль образца. Как видно из диаграммы, под анодом после пробоя остается кратер, образовавшийся при искровом пробое воздушного промежутка.

Из рис. 1 показан диаграмма движения искры при искровом пробое. Искра, возникшая в воздухе, входила в пленку и перемещалась по направлению к катоду, выжигая дорожку. Достигнув катода, искра поворачивалась обратно и перемещалась параллельно первоначальному пути. На диаграмме рис. 1 наиболее характерные области выделены пунктиром и обозначены буквами: "А" – область зарождения искры, "В" – область трека при обратном движении искры и "С" – область исчезновения искры.

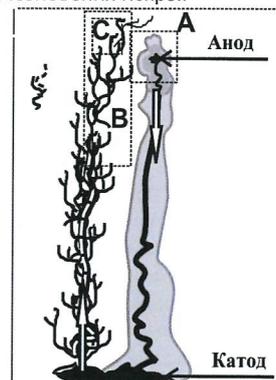


Рис. 3 Диаграмма, иллюстрирующая пробой образца. Стрелками показано направление распространения искры.

Вид прямого и обратного каналов пробоя значительно отличаются. Если прямой канал – широкий, без разрывов и, более или менее, прямолинейный, то обратный канал складывается из множества ветвящихся и пересекающихся участков.

Результаты наблюдения и визуализация следа искры позволили выделить ряд эффектов. Траектории выгоревшего материала наблюдались не только между электродами, но и в областях пленки, в которых в статическом режиме ток не протекал. Оставленный искрой след – двойной. Один идет от инициирующего разряд электрода к заземленному электроду, второй в обратном направлении. При этом в материале электрода обратного пути наблюдалось не сплошное, а локальное выгорание. Энергия, вызвавшая разрушения пленки превосходила энергию инициирующего импульса, запасенную в емкости образца.

Заключение

Таким образом, в наблюдаемых экспериментах можно выделить две стадии пробоя. Первой стадии соответствует движение стримера к катоду, вызвано оно напряжением, приложенным между электродами. Вторая стадия пробоя начинается в тот момент, когда головка стримера достигает катода. При этом проводящий плазменный канал исчезает, оставляя выгоревшую не проводящую область. Во втором случае пробой распространяется в обратном направлении от горячего катода к аноду, который к этому моменту все еще сохраняет контакт с проводящим покрытием.

Литература

1. Voronkov E. N. Pulsed breakdown of chalcogenide glassy semiconductor films. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 4, No. 3, September 2002, p. 793 – 798
2. Fairushin A. R. Research of a microplasma breakdown in thin films of glassy semiconductors/ *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 3, No. 2, June 2001, p. 499 – 502.

C25 УЛУЧШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МНОГОСЛОЙНЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК ПУТЁМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПРОГРЕВА

К.В. Елумеева¹, В.Л. Кузнецов¹, А.В. Ищенко¹, А. Магрэз², Л. Форро²

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5
yellowmeeva@gmail.com

²Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Лозанна, Швейцария

Углеродные нанотрубки (УНТ) обладают рекордно высокой механической прочностью, наряду с другими уникальными свойствами, что позволит получать высокопрочные композиционных материалов на их основе. Высокая механическая прочность УНТ обусловлена совершенством их структуры и силой химической связи между атомами углерода, составляющими нанотрубку. Значение модуля упругости (модуля Юнга) для однослойных и многослойных углеродных нанотрубок (ОУНТ и МУНТ) с идеальной структурой может превышать 1 терапаскаль (ТПа). Однако эти значения характерны для УНТ, полученных в электронной дуге. В настоящий момент, наиболее распространенным методом масштабного получения нанотрубок является каталитический пиролиз углеводородов (CVD), позволяющий получать МУНТ с модулем Юнга не превышающим 100 гигапаскалей (ГПа). Низкая механическая прочность является результатом дефектности структуры получаемых нанотрубок. Для удаления структурных дефектов МУНТ существует несколько возможных способов, таких как

облучение МУНТ электронным пучком [1], которое позволяет частично улучшить структуру стенок нанотрубок за счет перераспределения атомов углерода на поверхности. Однако данный метод может как улучшить структуру МУНТ, так и разрушить ее в зависимости от интенсивности электронного пучка, кроме того, метод не позволяет равномерно облучать нанотрубки в большом объеме.

Другим эффективным способом упорядочения структуры МУНТ является высокотемпературный прогрев. Однако рядом исследователей не было зафиксировано увеличение механической прочности МУНТ после прогрева [2], что связано с использованием очень дефектных МУНТ, прогрев которых не привел к существенному улучшению структуры.

В данной работе исследовались механические свойства исходных и прогретых при температурах 2200-2800°C МУНТ с внешними диаметрами в интервале 7-42нм с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ). Трубки были тщательно исследованы комплексом физико-химических методов [3, 4]. Исходные трубки, полученные в ИК, обладают достаточно упорядоченной структурой, прогрев которых привел к существенным структурным изменениям. Данные просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), спектроскопии комбинационного рассеяния (КР), исследований магнетопольных зависимостей проводимости свидетельствуют об упорядочении структуры МУНТ после прогрева. Это позволило предположить, что механические свойства МУНТ должны улучшаться после высокотемпературной обработки.

Основным результатом работы является установление факта, что высокотемпературный прогрев при температурах выше 2200°C приводит к увеличению модуля Юнга в 3-7 раз по сравнению с исходными нанотрубками с соответствующими диаметрами. Вместе с тем, дальнейшее увеличение модуля упругости МУНТ не наблюдается с повышением температуры от 2200 до 2800°C, несмотря на то, что данные ПЭМ и КР-спектроскопии свидетельствуют о дальнейшем улучшении структуры МУНТ при увеличении температуры прогрева. Возможным объяснением данного явления может быть механизм отжига дефектов. Удаление дефектов начинается с наружных слоев МУНТ с постепенным упорядочением внутренних слоев при повышении температуры прогрева. При этом механические свойства нанотрубок определяются в основном дефектностью наружных слоев МУНТ, и дальнейшее улучшение структуры внутренних слоев существенно не влияет на значение модуля Юнга. Эти утверждения коррелируют с результатами компьютерного моделирования воздействия разного количества дефектов в структуре на механические свойства МУНТ.

1. Martial Duchamp, Richard Meunier, Rita Smajda, Marijana Mionic, Arnaud Magrez, Jin Won Seo, László Forró, Bo Song, and David Tománek. Reinforcing Multi-Wall Carbon Nanotubes by Electron Beam Irradiation // *Journal of Applied Physics*, 2010, V. 108, №8, p. 084314
2. B.Lukic et al. Elastic modulus of multi-walled carbon nanotubes produced by catalytic chemical vapour deposition // *Appl.Phys. A*, 2005, V.80, p. 695-700
3. V. L. Kuznetsov, K. V. Elumeeva, A. V. Ishchenko, N. Yu. Beylina, A. A. Stepashkin, S. I. Moseenkov, L. M. Plyasova, I. Yu. Molina, A. I. Romanenko, O. B. Anikeeva, and E. N. Tkachev, Multi-walled carbon nanotubes with ppm level of impurities // *Phys. Status Solidi B*, 2010, v. 247, Nos. 11–12, p.2695-2699
4. S. N. Bokova, E. D. Obratsova, V. V. Grebenyukov, K. V. Elumeeva, A. V. Ishchenko and V. L. Kuznetsov. Raman diagnostics of multi-wall carbon nanotubes with a small wall number // *Phys. Status Solidi B*, 2010, v. 247, Nos. 11–12, p.2827-2830

C26 ОЦЕНКА СТЕПЕНИ АГРЕГИРОВАНИЯ ЧАСТИЦ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ВОДНЫХ СУСПЕНЗИЯХ МЕТОДОМ ФОТОННО-КОРРЕЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Ефимов А.А.¹, Лизунова А.А.², Иванов В.В.²

¹Московский физико-технический институт, 141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., 9, E-mail: alexey.efimov@russia.ru

²Метрологический центр РОСНАНО, 117036, г. Москва, просп. 60-летия Октября, 10А

Методом фотонно-корреляционной спектроскопии (ФКС) оценена степень агрегирования в водной суспензии частиц нанопорошков Al_2O_3 и SiO_2 , полученных газофазным синтезом. Суспензии с концентрацией наночастиц порядка 0,1 мг/мл готовились на основе дистиллированной воды без добавления поверхностно-активных веществ. Гидродинамический диаметр наночастиц и распределение частиц по размерам в суспензиях измеряли методом ФКС с помощью анализатора Zetasizer Nano ZS (Malvern, Англия). Контроль правильности измерений проводили с использованием стандартных образцов суспензии полистирольного латекса с размерами частиц 60 нм и 200 нм (Thermo Scientific, США). Для наночастиц исходных порошков 4 типов с применением просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100F и измерения удельной поверхности методом адсорбции-десорбции установлена сферичность формы частиц и диапазон средних размеров от 10 до 150 нм.

Таблица 1. Характеристика наночастиц в порошках и суспензиях

Порошок	Значение удельной поверхности S , м ² /г	Средний диаметр частиц $D_{БЭТ}$, нм	Средний гидродинамический диаметр (агрегаты) D_A , нм	Степень агрегации, $D_A/D_{ПЭМ}$	Количество частиц в агрегате $(D_A/D_{ПЭМ})^3$
Al_2O_3	149	10	246	24,6	605
Al_2O_3	101	15	178	11,8	140
Al_2O_3	67	23	119	5,04	25
SiO_2	19	147	253	1,72	3

Измеренное дифференциальное распределение частиц по размерам в водной суспензии имело логарифмически-нормальный вид.

Установлено, что результаты измерений среднего гидродинамического диаметра частиц методом ФКС значительно превышают данные измерений среднего размера частиц в ПЭМ, а также значения среднего размера частиц по результатам измерения удельной поверхности. Данный результат мы связываем с процессами агрегации наночастиц, которые происходят в газовой среде при хранении в форме порошков и в жидкой среде в составе суспензии. Представленная в *таблице 1* степень агрегации частиц в суспензии оценивалась как отношение среднего размера частиц, измеренного анализатором в суспензии, к среднему размеру частиц, измеренному с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Можно видеть, что при меньшем размере частиц $D_{БЭТ}$ и большей удельной поверхности исходного порошка S выше степень агрегации наночастиц $D_A/D_{ПЭМ}$. Такая закономерность логично объясняется более высокой активностью наночастиц меньшего размера.

Высокая способность наночастиц оксидов к агрегации подтверждает актуальность разработки специальных методов и требований к получению, условиям хранения, типам упаковок и транспортировок порошков, обеспечивающих сохранение их свойств с момента изготовления.

C27 ПРИМЕНЕНИЕ ГЖХ АНАЛИЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ АКТИВНОСТИ КАТАЛИЗАТОРОВ В СЕЛЕКТИВНОМ ПРЕВРАЩЕНИИ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ

Ю.А. Зайцева, М.Н. Симонов, Ю.С. Демидова, И.Л. Симакова

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5 simakova@catalysis.ru

В настоящее время каталитическое превращение карбоновых кислот лежит в основе ряда промышленно важных процессов. Так, например, промышленное производство маргарина основано на гидрировании растительных масел, которое традиционно проводят в присутствии никелевых катализаторов. Альтернативное использование палладиевых катализаторов взамен токсичных никелевых позволяет избежать формирования нежелательных побочных продуктов, что объясняется инертностью компонентов катализатора и более мягким температурным режимом проведения реакции[1]. Систематический анализ каталитической активности нанесенных палладиевых катализаторов с целью оптимизации условий реакции и свойств катализатора, традиционно осуществляют методом газо-жидкостной хроматографии, оценивая глубину превращения исходного вещества по относительному изменению содержания компонентов, входящих в его состав (Рис.1).

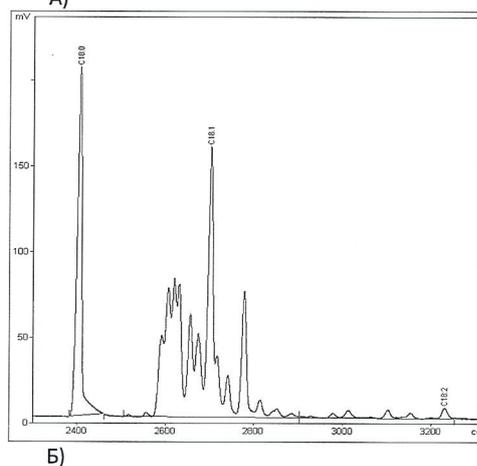
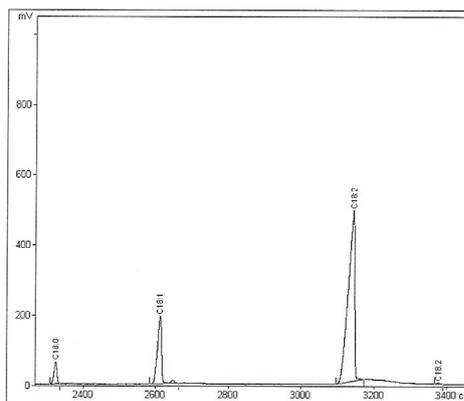


Рис. 1. Хроматограммы метиловых эфиров жирных кислот до (А) и после (Б) гидрирования. Область метиловых эфиров стеариновой, олеиновой и линолевой кислот.

Данный метод получил широкое применение в количественном анализе карбоновых кислот жирного ряда благодаря использованию капиллярных колонок с высокополярной неподвижной фазой. В методе капиллярной газовой хроматографии повышение степени разделения многокомпонентных смесей может достигаться за счет увеличения длины колонки, что является очень важным для получения более достоверных результатов анализа.

Целью данной работы является дальнейшее совершенствование методики количественного анализа многокомпонентной смеси триглицеридов карбоновых кислот жирного ряда для исследования активности катализатора Pd/C в реакции гидрирования растительных масел. Образцы многокомпонентной смеси получали гидрированием подсолнечного масла в автоклаве ($T = 195^{\circ}\text{C}$, $P_{\text{H}_2} = 9$ атм), снабженным датчиком измерения давления (АЦП «Сапфир»). Хроматографический анализ метиловых эфиров жирных кислот, полученных переэтерификацией триглицеридов и метилата натрия, осуществляли до и после реакции гидрирования на хроматографе «Цвет» с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой Rt-2560 (100 м×0,25 мм×0,2 мкм) (США). При этом расчет жирнокислотного состава проводили методом внутренней нормировки с применением относительных коэффициентов чувствительности, определенных как экспериментально с использованием калибровочных смесей известного состава, так и вычисленных согласно расчетам, приведенным в [2]. На основании полученных данных о жирнокислотном составе образцов определяли изменение йодного числа¹ и общее количество водорода, поглощенного в ходе реакции. Кроме того данный метод позволяет с высокой воспроизводимостью определять содержание цис- и транс-изомеров мононенасыщенных кислот. Для сравнения ряд образцов реакционной смеси проанализировали на одной из традиционно используемых колонок (ВРХ-70 (60 м×0,22 мм×0,25 мкм)). Полученные данные свидетельствуют о том, что применение метода ГЖХ с использованием капиллярной колонки Rt-2560 для анализа карбоновых кислот и их производных в реакциях селективного превращения, отличается относительно высокой точностью и воспроизводимостью результатов.

Литература

1. Savchenko V.I., Makaryan I.A. Platinum Metals Rev.-1999.- № 43.-P.74-82.
2. Гишон Ж. Количественная газовая хроматография: в 2т. -М.: Мир,1991.-Т.1.-с.533-535.

¹ Йодное число было вычислено по формуле:

$$N_{I_2} = 0,9502 \times n(C_{16}H_{30}O_2) + 0,8598 \times n(C_{18}H_{34}O_2) + 1,7315 \times n(C_{18}H_{32}O_2) + 2,6152 \times n(C_{18}H_{30}O_2) + 0,7852 \times n(C_{20}H_{38}O_2), \text{ где } n - \text{концентрация кислот (вес.\%)}$$

C28 ТЕСТИРОВАНИЕ ОКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ В РЕАКЦИИ КЕТОНИЗАЦИИ ВАЛЕРИАНОВОЙ КИСЛОТЫ

М.Н. Симонов, Ю.А. Зайцева, А.А. Шутилов, Г.А. Зенковец, И.Л. Симакова

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, 630090, пр-т Ак. Лаврентьева, 5
E-mail: simakova@catalysis.ru

В связи с перспективой создания новых «зеленых» технологий, повышающих качество жизни людей, а также учитывающих современные высокие требования к экономичности и экологической безопасности, особое внимание мировой научной общественности уделяется разработке новых путей эффективной переработки компонентов и производных биомассы в полезные продукты [1,2,3]. Карбоновые кислоты представляют собой важный класс производных биомассы, так как могут быть использованы в качестве базовых соединений для производства топлива и ценных химических веществ в промышленных масштабах. Один из альтернативных путей синтеза компонентов дизельного топлива (в английской литературе “green diesel”) включает кетонизацию карбоновых кислот с последующим восстановлением карбонильной группы с образованием алканов в присутствии гетерогенных бифункциональных катализаторов, активными компонентами которых являются наночастицы благородных металлов Pt и Pd, нанесенные на носители щелочной и кислотной природы. Такие катализаторы способны обеспечить последовательное протекание нескольких реакций кетонизации и гидрирования в одном каталитическом слое, что может сделать производство дизельного топлива из возобновляемого растительного сырья экономически более конкурентоспособным по сравнению с традиционным способом получения в нефтехимической промышленности.

Целью данной работы является исследование активности оксидных катализаторов в реакции кетонизации валериановой кислоты с образованием 5-нонанона, выбранной в качестве модельного соединения. Данный катализатор на основе оксидов металла может быть использован в качестве носителя в бифункциональном катализаторе, осуществляющем последующие превращения кетонов в алканы. Для проведения исследования была приготовлена методом пропитки по влагеомкости при различной температуре прокаливания (Тпр.) и охарактеризована методом низкотемпературной адсорбции азота серия оксидных катализаторов ZrO₂ (Тпр.=500оС, SBET=83м²/г), ZrO₂ (Тпр.=450оС, SBET=105м²/г), 20 вес.%, CeO₂/ZrO₂ (Тпр.=500оС, SBET=82м²/г), 20 вес.%, MnO₂/ZrO₂ (Тпр.=500оС, SBET=181м²/г). Исследована их каталитическая активность в зависимости от условий приготовления и температуры проведения реакции кетонизации. Реакцию проводили в парофазном режиме в стеклянном U-проточном реакторе, обогреваемом печью с контролируемым обогревом, в диапазоне температур от 300оС до 400оС при атмосферном давлении водорода. При помощи шприцевого насоса валериановую кислоту без растворителя подавали последовательно в испаритель, а затем на слой катализатора, смешанный с инертным кварцем. Анализ компонентов реакционной смеси осуществляли методом ГЖХ на хроматографе «Хромос GX-1000» с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой Stabilwax-DA (50 м/0,32 мм/ 0,5 мкм) (США).

В ходе тестирования синтезированных оксидных катализаторов установлено, что наиболее активным катализатором является ZrO₂, прокаленный при 500°С. При изменении температуры реакции от 300 до 400°С конверсия валериановой кислоты увеличивается от 29% до 100%.

Согласно ГЖХ анализу селективность 5-нонанона (во фракции жидких продуктов) возрастает от 47 до 96%. При этом на наиболее активном катализаторе ZrO_2 ($T_{пр.}=500^\circ C$) конверсия валериановой кислоты при температуре $355^\circ C$ составляет 99,7%, а селективность образования 5-нонанона 94%.

Работа проводилась при финансовой поддержке гранта РФФИ № 11-03-94001-ИНИС_а.

Литература

1. A.Corma, S.Iborra, A.Velty, Chem. Rev. 2007, 107, 2411–2502.
2. J.H.Clark, V.Budarin, F.E.I.Deswarte, J.J.E.Hardy, F.M.Kerton, A.J.Hunt, R.Luque, D.J.Macquarrie, K.Milkowski, A.Rodriguez, O.Samuel, S.J.Tavener, R.J.White, A.J.Wilson, Green Chem. 2006, 8, 853–860.
3. Biorefineries – Industrial Processes and Products (Eds.: B.Kamm, P.R.Gruber, M.Kamm), Wiley-VCH, Weinheim, 2006.

C29 ПОЛУЧЕНИЕ И МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ, СОСТАВА И РАЗМЕРА СОВМЕСТНЫХ НАНООКСИДОВ МЕДИ И ЦЕРИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

А.А. Извекова, Л.М. Плясова, В.И. Зайковский, Г.Г. Волкова

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 5
ggvolkova@catalysis.ru

В Институте катализа СО РАН разработан новый метод получения бифункциональных $CuO-CeO_2/\gamma-Al_2O_3$ катализаторов конверсии диметилового эфира в водородсодержащий газ. Данный метод позволяет на одной поверхности получать два типа центров, доступных для реагентов: кислотные центры заданного типа и оксидные центры с требуемым размером частиц, с целью управления активностью и селективностью катализаторов. Образование наноксидов меди и меди-церия (3-5 нм) на поверхности оксида алюминия позволило получить катализатор, производительность которого по водороду в 10-15 раз превышает активность известных медь-содержащих катализаторов [1,2].

Для установления фазового состава и микроструктуры исследуемых образцов катализаторов применялись рентгенографические методики исследования реальной структуры нанокристаллов, основанные на анализе положения и уширения отдельных дифракционных пиков. Подобный подход позволяет получать информацию об атомной структуре и о размерах областей когерентного рассеяния в материале. Три кристаллические фазы CuO , CeO_2^* и Al_2O_3 идентифицированы в бифункциональных $CuO-CeO_2/\gamma-Al_2O_3$ катализаторах. Размер области когерентного рассеяния CeO_2^* составляет 3,5-4,2 нм. Параметр решетки CeO_2^* уменьшается от 5,417 до 5,378 Å при введении в катализатор оксида меди, что свидетельствует об образовании совместных оксидов меди-церия на поверхности оксида алюминия.

Снимки просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМВР) получали на электронном микроскопе JEM-2010 фирмы JEOL (Япония) с разрешающей способностью по решетке 0,14 нм при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для определения состава совместных наноксидов меди-церия использовали спектроскопию характеристического рентгеновского излучения с дисперсией по энергиям (EDX). Измерения проводили на спектрометре EDAX (EDAX Co), оснащенный Si (Li) – детектором с энергетическим разрешением

130 эВ. Размер частиц совместных наноксидов меди-церия составляет 2-5 нм. В зависимости от состава катализатора отношение Cu/Ce в совместных наноксидах меди-церия изменяется от 12/88 до 33/67.

Работа выполнена при поддержке Федеральной целевой программы РФ "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 годы. Госконтракт П253.

Литература:

1. Сухэ, Г.Г. Волкова, В.Д. Беляев, Л.М. Плясова, В.А. Собынин, Бифункциональный катализатор и способ получения обогащенной по водороду газовой смеси из диметилового эфира, Патент РФ № 2286210, 27.10. 2006, Бюл. № 30.
2. Galina Volkova, Sukhe Badmaev, Vladimir Belyaev, Lyudmila Plyasova, Anna Budneva, Evgeny Paukshtis, Vladimir Zaikovsky, Vladimir Sobyenin, Bifunctional Catalysts for Hydrogen Production from Dimethyl Ether, Stud. Sur. Sci. Catal., 167 (2007) 445-450.

C30 ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С УГЛОВЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ТЕКСТУРЫ ПЛЕНОК ОРИЕНТИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ

М.А. Каньгин, А.Г. Куреня, А.В. Гусельников, А.В. Окотруб

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090, пр-т Ак. Лаврентьева 3, Новосибирск, Российская Федерация
mkanygin@gmail.com

Угловая зависимость рентгеновские спектры поглощения и флуоресценции неоднократно использовались для исследования особенностей анизотропии химических связей в графитоподобных материалах [1, 2]. Интенсивности компонент рентгеновских спектров поглощения (флуоресценции), относящихся к электронным переходам $C1s \rightarrow 2p-\pi^*$ и $C1s \rightarrow 2p-\sigma^*$ ($2p-\pi \rightarrow C1s$ и $2p-\sigma \rightarrow C1s$), зависят от угла падения возбуждающего излучения (угла выхода рентгеновской флуоресценции).

Образцы пленок ориентированных углеродных нанотрубок (УНТ) с различной текстурой были получены методом химического осаждения из газовой фазы с использованием в качестве источника углерода смеси углеводородов и ферроцена при разных температурах. Пленки ориентированных углеродных нанотрубок, синтезированных методом химического осаждения из газовой фазы, обладают значительным количеством дефектов, которые приводят к структурному несовершенству материала в целом. Методами рентгеновской спектроскопии поглощения с угловым разрешением проведено исследование структуры пленок ориентированных УНТ. Исследования угловой зависимости спектров поглощения и флуоресценции образцов пленок ориентированных УНТ продемонстрировало, что угловая зависимость соотношения π и σ полос зависит от степени отличия структуры УНТ от цилиндрической. Моделирование угловой зависимости рентгеновских спектров поглощения и флуоресценции позволило охарактеризовать текстуру и дефектность исследуемых образцов, а так же уточнить модель формирования пленок ориентированных УНТ в ходе химического синтеза. Исследование угловой зависимости образцов пленок УНТ, допированных атомами азота, вблизи

края поглощения азота позволило определить ориентацию молекул N_2 , инкапсулированных в пространстве, между стенками УНТ.

1. S. Banerjee, T. Hemraj-Benny, S. Sambasivan, D.A.Fischer, J.A.Misewich, S.S.Wong // *J. Phys. Chem. B* V.109, p.8489 (2005)
2. T. Hemraj-Benny, S. Banerjee, S. Sambasivan, D.A. Fischer, G. Eres, A.A. Puretzky, D.B. Geohegan, D.H. Lowndes, J.A. Misewich, S.S. Wong // *Phys. Chem. Chem. Phys.* V. 8, p. 5038 (2006)

СЗ1 СТАНДАРТИЗАЦИЯ И МЕТРОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ ТИТАНА, ПОЛУЧАЕМЫХ СВС-ГИДРИРОВАНИЕМ-ДЕГИДРИРОВАНИЕМ

В.К. Прокудина¹, В.И. Ратников¹, А.Г. Черков²,
А.К. Абкарян³, Л.И. Квеглис⁴

¹ ИСМАН, г. Черноголовка, Московская область

² ИФП СО РАН, г. Новосибирск

³ СФУ, г. Красноярск

⁴ ВКГТУ, г. Усть-Каменогорск

kveglis@iph.krasn.ru

Порошки титана широко применяются в разных областях техники, в том числе в тугоплавких соединениях, материалах, изделиях и покрытиях, стойких к агрессивным средам и повышенным температурам. Присутствующие на российском рынке в настоящее время порошки титана не отличаются большим разнообразием по дисперсности, загрязнены примесями и достаточно дорогие. В то же время в больших объемах осуществляется производство химически чистой и относительно дешевой титановой губки, из которой методом гидрирования-дегидрирования за счет охрупчивания титана возможно получение порошков не только нужной дисперсности, но и особой структуры поверхности. Как показали экономические расчеты, данный способ переработки губки в порошок экономически выгоден. Продукцией данной технологии являются, фактически, два продукта, это: СВС-гидрид титана и порошок дегидрированного титана. Гидрид титана получали из титановой губки методом СВС [1], который характеризуется относительно высокой производительностью, безопасностью работы с водородом и является энергосберегающим. Титановый порошок, получали из гидрированной губки после ее измельчения и последующего дегидрирования. Для дегидрирования использовали установку на базе стандартной электропечи с вакуумируемым дегидрататором оригинальной конструкции. Для контроля всех регламентируемых в ТУ параметров в работе были разработаны методики анализа содержания вещества, согласно ГОСТ Р 8.563-2009 и методики выявления наносоставляющего компонента в структуре частиц порошков титана. Методом просвечивающей высокоразрешающей электронной микроскопии выявлены как конгломераты частиц нанометрового размера, так и отдельные частицы (рис.1). Частицы дегидрированного титана содержат наноразмерные структурные элементы, которые должны способствовать более высокой спекаемости и уплотняемости при переработке в компактные изделия.

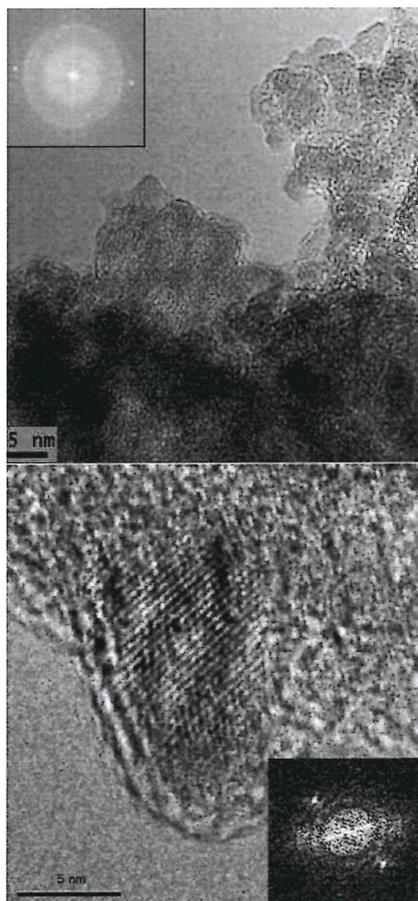
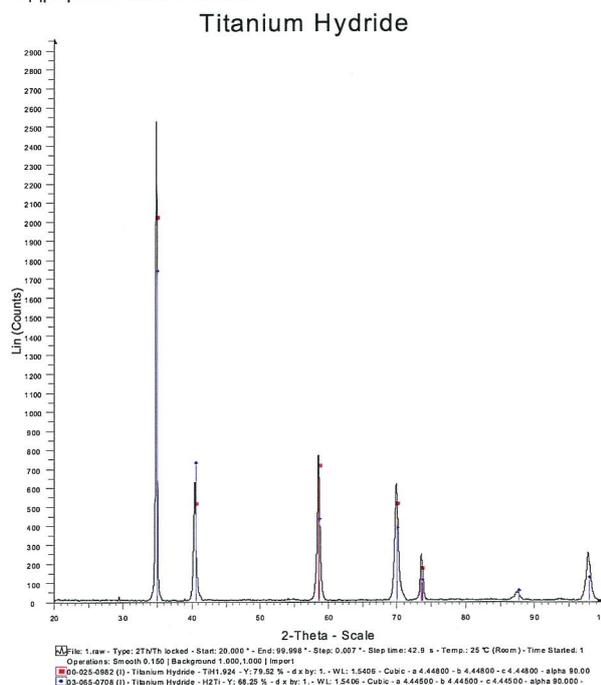
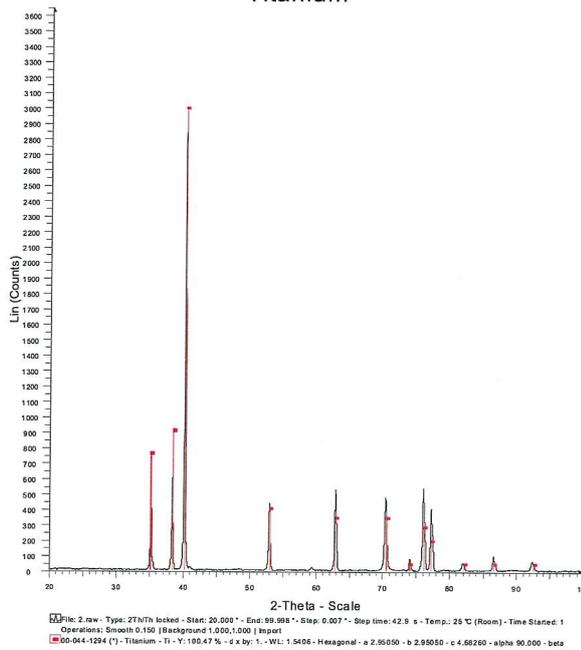


Рис. 1 Изображения порошков дегидрированного и гидрированного Ti в ПЭМ



Titanium



Согласно проведенным исследованиям, в том числе рентгенодифракционным методом показано, что дегидрированный титан чище промышленных аналогов по примесям.

1. Патент RU № 2385837, Способ получения гидрида титана и устройство для его осуществления /Ратников В.И., Прокудина В.К., Боровинская И.П., Мержанов А.Г. Опубликовано 10.04.2010, Бюл.№10

C32 АТОМАРНЫЕ СТУПЕНИ НА Si(111) И ZnWO₄(010) КАК ЭТАЛОНЫ НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА

А.С. Кожухов^{1,2}, Е.Н. Галашов³, В.И. Зуев^{1,2},
Д.В. Щеглов¹, А.В. Латышев¹

¹Лаборатория нанодиагностики и нанолитографии, Институт физики полупроводников им. А.В.

Ржанова СО РАН, Новосибирск
 antonkozuhkov@yandex.ru

²Новосибирский государственный университет, Физический факультет, Новосибирск ³Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск

Проблема эталонирования при метрологических измерениях является ключевой для достоверного определения геометрических параметров наноструктур, в частности, методом атомной силовой микроскопии (АСМ). Обычно для калибровки атомного силового микроскопа в качестве внешнего эталона применяется специально обработанная поверхность Si(111) с моноатомными ступенями высотой 0,314 нм. Для получения такой поверхности применяются монокристаллические полированные пластины высокочистого бездефектного кремния. Система моноатомных ступеней, высота которых строго соответствует кристаллографическим параметрам кремния, формируется методом высокотемпературного

отжига в течение $t = 5$ мин при температуре $T = 1300$ °С в сверхвысоком вакууме (10^{-9} Торр). При указанных условиях, обеспечивающих эффективную сублимацию кремния, на поверхности (111) формируется система атомно-гладких террас, высота которых кратна модулю $h_{Si} = 0,314$ нм [1]. Изготовление такого эталона наноразмеров затрудняется необходимостью применения высоковакуумного оборудования и полированных пластин Si (111) без нарушенного слоя. Кроме того, поверхность кремния на воздухе быстро окисляется.

В качестве альтернативного эталона наноразмеров предлагается использовать сколотую поверхность ZnWO₄(010). Такая атомно-гладкая поверхность может быть получена путем механического скалывания кристалла ZnWO₄ на воздухе ввиду высокой спайности в направлении [010]. Монокристалл ZnWO₄ и сколотые пластины (010) показаны на Рис.1. На сколотой поверхности методом АСМ показано наличие атомно-гладких участков поверхности, ограниченных ступенями с перепадом высоты $h_{ZnWO_4} = 0,55 \pm 0,08$ нм, кратном параметру $b = 0,57159$ (1) нм кристаллической ячейки ZnWO₄.

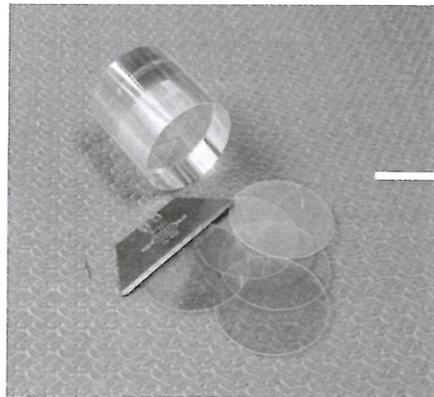


Рис. 1. Монокристалл ZnWO₄, инструмент для скалывания и сколотые пластины с атомно-гладкой поверхностью.

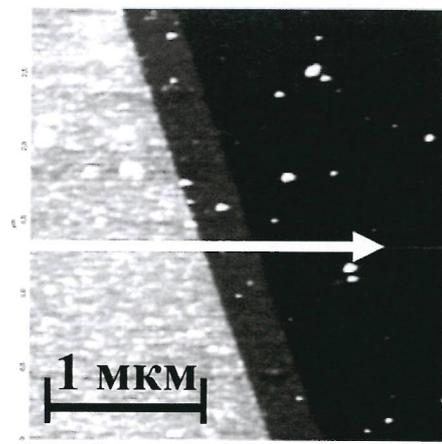


Рис. 2. АСМ 3x3 мкм изображение поверхности ZnWO₄.

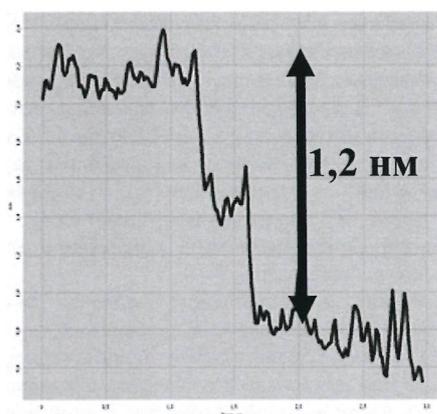


Рис. 3. Профиль рельефа по линии на Рис. 2.

Структурные параметры $ZnWO_4$ известны с высокой точностью, что обеспечивает низкую погрешность эталонирования [2]. Следует отметить, что высокое структурное совершенство сколотой поверхности в значительной степени обеспечивается качеством монокристалла $ZnWO_4$. Используемый в нашем эксперименте кристалл был выращен с помощью низкоградиентного метода Чохральского с использованием высокочистого ZnO (99.995 %, Umicore, Belgium) и WO_3 специальной чистоты (ИНХ СО РАН) [3]. Разработанная технология обеспечивает выращивание кристаллов $ZnWO_4$ диаметром до 90 мм и обладающих оптическим качеством и низкой концентрацией дефектов, что необходимо для создания сцинтиляционных элементов. Указанные параметры делают возможным высококачественное скалывание пластин (010), что не удается осуществить для дефектных кристаллов $ZnWO_4$.

1. A.V. Latyshev, A.L. Aseev, A.B. Krasilnikov, S.I. Stenin, Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation, *Surface Sci.* 213 (1) (1989) 157-169.
2. D.M. Trots, A. Senyshyn, L. Vasylechko, R. Niewa, T. Vad, V.B. Mikhailik, H. Kraus, Crystal structure of $ZnWO_4$ scintillator material in the range of 3-1423 K, *J. Phys.: Condens. Matter* 21 (2009) 325402.
3. E.N. Galashov, V.A. Gusev, V.N. Shlegel, Ya.V. Vasiliev, The growth of $ZnWO_4$ and $CdWO_4$ single crystals from melt by the Low Thermal Gradient Czochralski Technique, *Cryst. Rep.* 54 (4) (2009) 689-691.

С33 МИКРОМОРФОЛОГИЯ И ОПТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПЛЕНОК МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ХРОМА

А.С. Кожухов^{1,2}, В.В. Атучин³, В.Н. Кручинин⁴,
И.С. Солдатенков³, И.Б. Троицкая³

¹Лаборатория нанодиагностики и нанолитографии, Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090, Россия

²Физический факультет, Новосибирский государственный университет, Новосибирск, 630090, Россия

antonkozukhov@yandex.ru

³Лаборатория оптических материалов и структур, Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090, Россия

⁴Лаборатория эллипсометрии полупроводниковых материалов и структур, Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090, Россия

Пленки металлического хрома широко применяются в катализе, микроэлектронике, солнечной энергетике и нанотехнологиях. Во многих случаях требуется прецизионное измерение толщины пленок хрома. Эллипсометрия может быть успешно использована для бесконтактного и неразрушающего определения толщины полупрозрачных пленок металла при условии знания его оптических констант. Данное исследование направлено на разработку метода получения пленок металлического хрома контролируемой толщины путем термического испарения в вакууме и определения оптических параметров полученных пленок методом спектральной эллипсометрии. Пленки хрома были изготовлены методом сублимации в вакууме 10^{-5} Торр при температуре подложки в диапазоне $T = 60-250^\circ\text{C}$. Сублимация хрома (99.98%) производилась при температуре $T = 1725 \pm 25^\circ\text{C}$ с применением термостатированного испарителя специальной конструкции, обеспечивающей стабилизированный поток паров хрома. В результате напыления получены аморфные пленки металла. Шероховатость пленок по данным атомной силовой микроскопии (АСМ) не превышала 0.5 нм. Контроль микроморфологии пленок осуществлялся на приборе Solver P-47H в режиме полуконтактного сканирования. Оптические характеристики (зависимости показателя преломления, $n(\lambda)$ и коэффициента поглощения $k(\lambda)$) пленок Cr определялись с помощью спектрального эллипсометра «Спектроскан» диапазоне длин волн 250-1100 нм. Спектральное разрешение прибора составляло 2 нм, время записи одного спектра не превышало 20 сек.

С34 ИССЛЕДОВАНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ ШПИНЕЛИ МЕТОДАМИ НЕРАЗРУШАЮЩЕЙ АБЛЯЦИИ И РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

А.С. Козлов¹, А.К. Петров¹, Е.Г. Авакумов²,
Н.В. Булина², Г.Н. Кулипанов³

¹Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск, 630090, ул. Институтская 3
kozlov@kinetics.nsc.ru

²Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск

³Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск

Несколько лет назад в ИХКГ СО РАН было открыто явление бездеструктивного переноса вещества в аэрозольную фазу под действием терагерцового излучения – «неразрушающая абляция».

На основе данного явления разработан перспективный метод определения фракционного состава смесей наночастиц различного происхождения заключающийся в абляция исходного материала лазерным излучением ТГц диапазона с последующей регистрацией дисперсных продуктов в газе при помощи современной аэрозольной аппаратуры [1].

В данной работе исследовались образцы синтетических нанопорошков шпинели $MgAl_2O_4$, полученные методом мягкого механохимического синтеза, разработанным в ИХТТМ СО РАН [2]. В качестве источника ТГц излучения использовался Новосибирский ЛСЭ. Для регистрации продуктов абляции применялся диффузионный спектрометр аэрозолей ДСА, разработанный в ИХКГ СО РАН.

Проведено сопоставление полученных результатов с методом порошковой рентгеновской дифрактометрии. Средний размер кристаллитов по результатам обоих методов составил 7 ± 1 нм. Методом неразрушающей абляции дополнительно зарегистрирована фракция агрегатов частиц, неизбежно возникающая в процессах механической активации. Показано, что неразрушающая абляция является информативным и оперативным методом за счет простоты и быстроты процесса измерения, а также минимизации стадий анализа результатов и пробоподготовки.

1. Kozlov A.S., Petrov A.K., Kulipanov G.N., Aseyev V. A novel method of probing the fractional composition of nanosystems // KONA Powder and Particle Journal, 2010, No.28, pp.219-226
2. Каракчиев Л.Г., Авакумов Е.Г., Винокурова О.Б., Гусев А.А. Шпинелеобразование при термической обработке механически обработанных смесей брусита и гидроаргиллита // ЖНХ. 2005.Т.50, №10. С.1612-1616.

С35 ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ПЛЕНОК ИЗ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Е.Ф. Кривошапкина¹, Б.Н. Дудкин¹,
П.В. Кривошапкин¹, А.П. Петраков²

¹Институт химии Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар, ул. Первомайская, д. 48,
chemicalfox@mail.ru

²Сыктывкарский государственный университет, г. Сыктывкар

Характерной чертой работ, выполняемых в области нанотехнологии, являются проблемы, связанные с изучением физико-химических характеристик нанообъектов. Для их решения применяют ряд весьма сложных в аппаратном отношении физических методов. Поэтому особую привлекательность имеет использование методов, распространенных в практике научных и производственных лабораторий [1]. Малоугловое рассеяние рентгеновского излучения и нейтронов – метод, который широко используется для изучения надатомной структуры вещества и решения самых разных фундаментальных и прикладных задач [2].

Золь-гель способом получены пленки из наночастиц оксида алюминия – селективные фильтрационные слои керамических мембран. Методом рентгеновской рефлектометрии определена степень пористости алюмооксидных пленок (отношение общего объема пор к полному объему пленки), которая составляет 50 %. Размер частиц, их форма и однородность определены методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (расчеты проводились по формуле Гинье с вариацией контраста). Средний размер частиц составляет 20 нм, частицы имеют сферическую форму. Данные согласуются с результатами сканирующей электронной микроскопии.

Работа выполнена при финансовой поддержке интеграционного проекта фундаментальных исследований УрО РАН, выполняемых совместно с научными организациями СО РАН в 2009 – 2011 гг.

Литература

1. Толстой В.П. Методы УВИ и ИК спектроскопии нанослоев. – СПб.: Изд-во С.-Петербур. Ун-та, 1998. – 224 с.
1. Свиргун Д.И., Фейгин Л.А. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. – М.: Наука, 1986. – 280 с.

С36 МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК НАНО- α - Al_2O_3

А.Л. Мызь¹, Г.Р. Карагедов¹

¹Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, ул. Кутателадзе 18
myz@solid.nsc.ru

В классической керамической технологии для формирования порошковых компактов и дальнейшего их спекания в плотный материал зачастую необходимо иметь полное представление о характеристиках используемого порошкового прекурсора. В случае нано-порошков определение размера становится обязательным, поскольку выбор метода компактирования и режима спекания в заданный материал обусловлен именно первичными характеристиками дисперсности порошкового прекурсора.

В качестве объекта исследований в работе был взят нано- α - Al_2O_3 , синтезированный в ИХТТМ СО РАН. Для определения размеров первичных кристаллитов (d_{X-RAY}) в работе

использовался метод анализа уширения рентгеновских дифракционных линий при помощи развертки функций с последующим определением размеров решением системы нелинейных уравнений. Удельная поверхность определялась методом тепловой десорбции азота, размер частиц (d_{Surface}) оценивался по сферической модели. Изучение гранулометрического состава (d_{DLS}) проводилось методом лазерной автокорреляционной спектроскопии. Размер частиц из микрофотографий ($d_{\text{SEM,TEM}}$), полученных методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, оценивался по приложенным масштабным шкалам. В результате проведенных измерений полученные размеры (50-60 нм) сопоставимы, а спекание керамических порошков приводит к высокоплотному (более 99%) материалу при низких (1300С) температурах.

Полное представление о порошке получается лишь при совокупном анализе данных, полученных со всех вышеуказанных методов. Современные требования, предъявляемые к нанопорошковым прекурсорам для изготовления керамики с улучшенными механическими и оптическими характеристиками, содержат как требования по высокой чистоте материала, так и требования ультрадисперсности и низкой агломерированности. Последние требования можно считать выполненными для нанопорошков при $d_{\text{X-RAY}} \approx d_{\text{Surface}} \approx d_{\text{DLS}} \approx d_{\text{SEM,TEM}} < 100$ нм.

С37 СПЕЦИФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ФЕРРИМАГНИТНЫХ ОКСИДОВ И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ

Е.П. Найден

Отдел структурной макрокинетики ТНЦ СО РАН
Томский госуниверситет, Томск, пр. Ленина 36
naiden@elefot.tsu.ru

Наноразмерные порошки кубических оксидных ферримагнетиков шпинельного типа представляют большой интерес для биомедицинских применений, так как позволяют решать задачи, связанные с разделением и очисткой биологических субстанций, целевой доставкой лекарств и генов, усилением MRI-контраста и др.

Для достаточно полной аттестации таких материалов необходимо привлечение широкого комплекса метрологических средств (экспериментальных установок и методик): рентгенофлуоресцентного анализа, рентгеноструктурного анализа, растровой и просвечивающей электронной, методик исследования статических и динамических магнитных характеристик и их температурных зависимостей. Указанные методики имеются в ТМЦКТ ТГУ и ЦКПРИ ТГУ, разработаны стандарты организации по методикам исследования элементного состава (последовательный волнодисперсионный спектрометр Shimadzu XRF 1800), определению фазового состава и параметров структуры наноразмерных и наноструктурных материалов (дифрактометр Shimadzu XRD 6000), измерению статических магнитных характеристик (импульсный магнитометр H 04) [1-3].

Проведено исследование химического и фазового состава, морфологических характеристик, параметров структуры и магнитных свойств наноразмерных порошков магнетита (Fe_3O_4), кобальтовой (CoFe_2O_4) и марганцевой (MnFe_2O_4) феррошпинелей, синтезированных методом механохимических реакций. Выбор данных соединений обусловлен тем, что ионы марганца и трехвалентного железа находятся в $3d^5$, а ионы Fe^{2+} и Co^{2+} в $3d^6$ и $3d^7$

состояниях соответственно, что приводит к существенному различию влияния размерных эффектов на магнитные свойства указанных феррошпинелей.

Анализ элементного состава показал, что для феррошпинелей кобальта и марганца имеет место значительный дефицит двухвалентных катионов, их химические формулы $\text{Co}_{0.7 \pm 0.05} \text{Fe}_{2.3 \pm 0.05} \text{O}_4$ и $\text{Mn}_{0.7 \pm 0.05} \text{Fe}_{2.3 \pm 0.05} \text{O}_4$ соответственно. Элементный состав для магнетита близок к стехиометрическому. По данным электронной просвечивающей микроскопии и результатам анализа физического уширения дифракционных линий средний размер кристаллитов в этих соединениях непосредственно после синтеза составляет 8-20 нм.

Одним из важнейших параметров, ответственным за формирование магнитных свойств феррошпинелей, является распределение разновалентных катионов по подрешеткам. В работах [1,2] на основании исследования Мессбауровских спектров наноразмерных порошков никелевой и магниево феррошпинелей со средним размером порядка 10 нм, полученных методом механохимических реакций показано, что распределение катионов в указанных соединениях существенно отличается от равновесного и близко к среднестатистическому. Нейтронографическое исследование катионного распределения в наноразмерных порошках феррошпинелей кобальта и марганца со средними размерами кристаллитов 4-10 нм, синтезированных методами микроэмульсий и соосаждения показало, что и в этих соединениях распределение катионов близко к статистическому. [3,4] Таким образом, статистическое распределение катионов по подрешеткам является характерной особенностью наноразмерных феррошпинелей, независимо от способа их получения.

Проведено рентгенографическое исследование структурных параметров и основных магнитных характеристик указанных материалов непосредственно после синтеза [5]. Показано, что зависимость намагниченности насыщения наноразмерной ферримагнитной частицы от ее размера может быть описана простым эмпирическим соотношением $\sigma_s = \sigma_0 [(D_0 - 2t)/D_0]^3$, где D_0 – диаметр частицы, t – толщина поверхностного слоя. При анализе поведения эффективной константы магнитной кристаллографической анизотропии используется выражение: $K_{\text{eff}} = K_V * (1 - V_s) + K_S * V_s + \lambda_s * \Delta d / d * E$, где где первый и второй члены учитывают вклады объемной и поверхностной анизотропии, а последняя составляющая учитывает вклад магнитоупругих взаимодействий.

Проведено исследование естественного и термостимулированного старения наноразмерных феррошпинелей, приводящее к существенному изменению их магнитных свойств [6]. Показано, что процессы диффузии, ответственные за изменения фазового состава, параметров структуры и магнитных свойств в наноразмерных порошках ферримагнетиков при естественном старении, могут быть существенно стимулированы при термической обработке этих материалов. Термическая обработка наноразмерных порошков феррошпинелей при температурах ниже температуры рекристаллизации позволяет стабилизировать их основные магнитные свойства во времени.

1. СТО ТГУ 034-2009
2. СТО ТГУ 044-2009
3. СТО ТГУ 046-2009
4. V.Sepelak et al, J.Phys.Chem., **C111**, 2007, P.5026.
5. V.Sepelak et al, JMMM, **316**, 2007, P.764]
6. Chao Liu et al., Pure Appl.Chem., **72**, №1-2, 2000, P.37.
7. Z.John Zhang et al., J.Am.Chem.Soc., 1998, **120**, P.1800.
8. Е.П.Найден и др., ФТТ, 2009, **51**, в.2, с.310.
9. Е.П.Найден и др., ФТТ, 2009, **51**, в.8, с.777

C38 ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА ДЛЯ ОПТИМИЗАЦИИ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСУЛЬФИДА ХРОМА- МЕДИ, ДОПИРОВАННОГО ВАНАДИЕМ

Н. Н. Перегудова

Институт неорганической химии СО РАН,
Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева 3
pe-nat@mail.ru

В настоящее время активно исследуют новый магнитный материал дисульфид хрома-меди, допированный ванадием $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$. Он может найти широкое применение в спинтронике и наноэлектронике.

Известно, что свойства данного материала во многом зависят от температурно-временных условий синтеза, исходных оксидов, концентрации ванадия и других факторов. При получении дисульфидов хрома-меди использовали коммерческие оксиды CuO , Cu_2O , Cr_2O_3 , V_2O_3 , V_2O_5 . Исходные оксиды или соответствующую шихту из смеси оксидов в стеклоглеродной лодочке помещали в печь, которая включалась после вытеснения воздуха аргоном и продуктами разложения роданида аммония. Обычно синтез включал 2-3-х кратное перетираание шихты, полученной в интервалах температур 600-1000 °С.

Была проведена оптимизация условий получения дисульфида хрома-меди, допированного ванадием. В качестве параметров оптимизации взяты энергии основных линий спектра $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cr}2p_{3/2}$. Факторы, влияющие на параметры оптимизации, были разделены на качественные (тип оксида меди и ванадия, исходное состояние оксидов, характер шихтования во время синтеза, способы охлаждения и размельчения готового материала) и количественные (температура синтеза, время синтеза, концентрация ванадия в $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$). Для оптимизации применялись методы планирования эксперимента. В качестве плана эксперимента использовался несимметричный план, в котором качественные и количественные факторы варьировались на разном числе уровней. Для определения интенсивности влияния исследуемых факторов на параметры оптимизации использовался факторный анализ. Значимость эффектов проверялась по критериям Стьюдента и Дункана.

Определено, что для синтеза соединений с оптимальными значениями энергий основных линий спектра $\text{Cu}2p_{3/2}$ и $\text{Cr}2p_{3/2}$ предпочтительно использовать оксиды Cu_2O и V_2O_3 . Наиболее приемлемы температура синтеза 1000 °С, время синтеза 21-30 ч. Наилучшей концентрацией ванадия в $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ оказалось $x=0,07$.

C39 ЭКСПРЕСС-МЕТОД КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ И ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОПОРОШКА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

М.П. Полиновская, Е.А. Шмыткова, С.К. Сигалаев
ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Москва, Онежская, 8
nanocentre@kerc.msk.ru

Специфика малых размеров и новых свойств нанобъектов требует совершенно иного подхода к проведению измерений и достижения сверхвысокой точности. Средства измерений должны обладать новыми функциональными возможностями, а методы измерений - совершенствоваться, следовательно - выполнять высокие

требования к уровню обеспечения единства измерений в этой области.

Требуется модернизация существующих и создание новых методов и средств измерений, а также разработка нормативных документов на методы и средства поверки и калибровки средств измерений, применяемых в наноиндустрии.

При контроле технологических процессов с участием нанопорошков требуются методы оперативного контроля размеров наночастиц, участвующих в этих процессах, с учетом их присутствия в конкретных средах (газы, жидкости). В этих условиях возможные методы анализа распределения частиц по размерам должны удовлетворять дополнительным требованиям, к числу которых, прежде всего, относятся допустимые времена подготовки проб и проведения непосредственно анализа.

Впервые ставится задача по разработке метода экспресс-измерений в технологическом процессе. Данный метод позволит значительно ускорить процесс определения размеров наночастиц по сравнению с существующими методами (микроскопия, рентгеновское рассеяние), что дает возможность оперативного контроля технологического процесса. В качестве составляющих экспресс-метода измерений были выбраны лазерная дифракция (статическое рассеяние света) и фотонно-корреляционная спектроскопия (динамическое рассеяние света).

В докладе будет рассмотрена взаимосвязь методов фотонной корреляционной спектроскопии и лазерной дифракции в применении к определению размеров нанопорошка оксида алюминия. Метод динамического рассеяния света позволяет определить коэффициент диффузии дисперсных частиц (диаметр: 0,6 нм – 6 мкм) в жидкости путем анализа характерного времени флуктуаций интенсивности рассеянного света. Из коэффициента диффузии рассчитывается радиус наночастиц. Результат выдается в виде функции распределения по размерам частиц (рис.1).

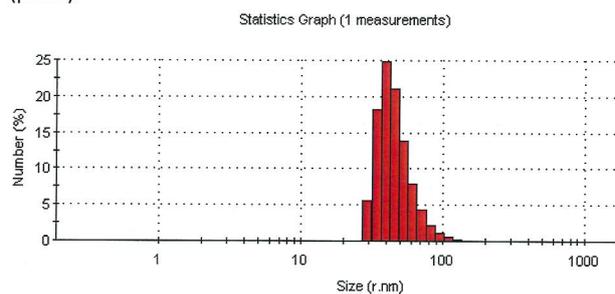


Рис.1. Гистограмма распределений по размерам

Метод дифракции использует физический принцип дифракции электромагнитных волн для определения распределения размеров частиц (20 нм – 2000 мкм). При дифракции света на частице происходит отклонение лазерного луча на углы, которые зависят от диаметра и оптических свойств частиц. Детектор измеряет спектр Фурье (распределение световой энергии). Распределение размера частиц вычисляется в соответствии с теорией Фраунгофера или Ми (рис.2).

В докладе рассматривается возможность использования двух методов определения размеров наночастиц, взаимодополняющих друг друга. Их совместное применение способствует расширению диапазона и повышению точности измерений.

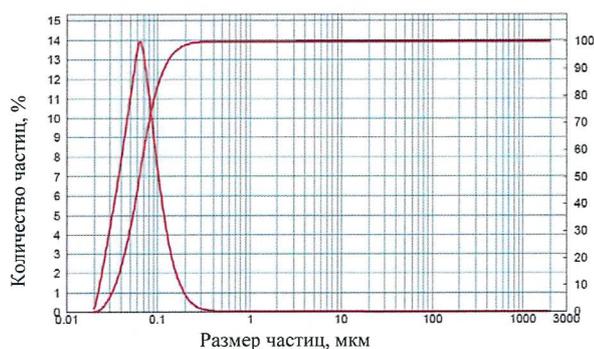


Рис. 2. Интегральное и дифференциальное распределение частиц нанопорошка оксида алюминия по размерам

C40 НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ТЕПЛООВОГО РАСШИРЕНИЯ НАНОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Т.А. Компан, Н. Ф. Пухов

Федеральное государственное унитарное предприятие "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева", Санкт-Петербург
 puhov_kolya@mail.ru

Наноструктурированные материалы представляют собой новый класс объектов. Это материалы, у которых поверхность границ фаз заполняет существенную часть объема материала. В привычных материалах ряд внешних факторов может воздействовать только на поверхность – например, влажность окружающей среды не меняет размер большинства материалов, т.к. затрагивает только поверхностный слой, пренебрежимо малый по сравнению с основной массой образца материала. В наноструктурированных (в частности, пористых) образцах области раздела фаз, (внутренняя поверхность) занимает существенную часть объема, и внешние факторы могут влиять, в том числе, на размеры образцов материалов.

В докладе изложены результаты экспериментов, подтверждающих высказанное положение на примере исследования теплового расширения нанопористого углеродного материала, получаемого из карбидов металлов. Впервые проведены измерения ТКЛР (температурного коэффициента линейного расширения) данного материала. Отработаны методика и условия эксперимента по измерению ТКЛР для материалов такого рода. Определена область температурной стабильности размеров для данного материала. Получены значения ТКЛР нанопористого углеродного материала в диапазоне температуры 20 -300 °С. Важным аспектом проведенного исследования был выбор метода и условий работы с подобными образцами.

Помимо новой информации об этом материале, не существовавшей ранее, измерения позволили сделать заключение об особенностях структуры этого материала. Значения ТКЛР нанопористого углеродного материала, полученные в данной работе, лежат несколько выше, чем ТКЛР графита в направлении, параллельном углеродным плоскостям. Это подтверждает изложенную в работе модель строения нанопористого материала.

В работе также изучено влияние повышенной влажности среды, в которой находился исследуемый материал, на результаты исследования его ТКЛР. В силу своей пористой структуры, данный материал обладает хорошей абсорбирующей способностью. В результате этого, значения ТКЛР увлажненного материала существенно изменяются –

они в несколько раз превышают значения ТКЛР сухого материала, что ранее нигде не учитывалось.

Список литературы:

- Gogotsi Y. et al "Nanoporous carbide-derived carbon with tunable pore size" // Nature Materials 2, 591-594, 2003
- Кравчик А. Е. Осмаков А. С. Аварбэ Р. Г. "Анализ структуры углеродных нанокристаллических и турбостратных материалов" // ЖПХ (прикладной химии) №116 1989 с.2430-2435
- Компан Т. А. Пухов Н.Ф. Кузнецов В. П. "Тепловое расширение нанопористого углеродного материала" // "Измерительная техника", 2010, №1, с.34-37.
- Wolff E. G. (Invited Lecture) "Application of Precision Dimensional Measurements to Thermo-Hygro-Mechanics" ITTC30/ITES18, Seven Springs, PA Editors P. Gaal and Daniela S. Gaal, August 29-Sept 2, 2009.

C41 НАНОПИРАМИДАЛЬНЫЕ СТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ Si(111) ДЛЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ

Д.И. Роголо, Л.И. Федина, С.С. Косоолобов, А.В. Латышев

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, 630090, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
 rogilod@gmail.com
 Новосибирский государственный университет, Новосибирск, 630090, ул. Пирогова, 2

Развитие нанотехнологий требует решения проблемы обеспечения единства линейных измерений в наносубнанометровом диапазоне, производимых с помощью сканирующих электронных (СЭМ), туннельных (СТМ) и атомно-силовых микроскопов (АСМ). В связи с этим представляется важным создание структур, пригодных для проверки и калибровки микроскопов. Результатом данной работы является структура, способная стать тест-объектом для калибровки СЭМ в диапазоне 0,3 - 10 нм.

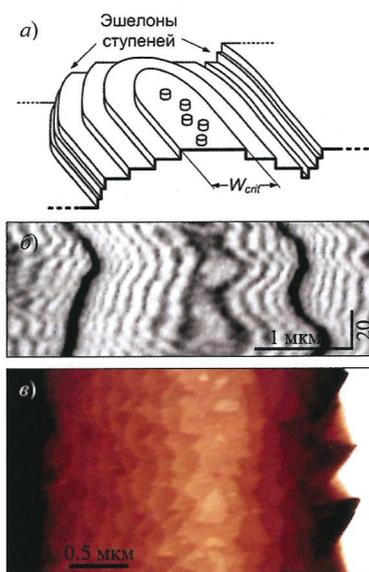


Рис. 1. Схематическое (а), ОЭМ- (б) и АСМ-изображения (в) пирамидальной структуры на поверхности Si(111).

Методом *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии (СВВ ОЭМ) проведены

исследования процессов самоорганизации моноатомных ступеней при гомоэпитаксиальном росте кремния на реконструированной поверхности Si(111)-(7×7). *Ex situ* анализ морфологии поверхности образцов проводился методом АСМ на воздухе. Перед эпитаксией образец Si(111) помещался в камеру СВВ ОЭМ, где отжигался при $T \approx 1300^\circ\text{C}$ пропуская через образец переменного электрического тока. Последующий прогрев пропуская постоянный электрический ток при этой температуре обеспечивает формирование на поверхности эшелонных ступеней, разделённых атомно-гладкими участками [1]. При понижении температуры до $600 - 700^\circ\text{C}$ на поверхности Si(111) формировалась сверхструктура (7×7) и начиналось осаждение Si со скоростью $10^{-3} - 10^{-1}$ МС/с ($1 \text{ МС} = 1,56 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$). При этом на гладких участках за счет последовательного наращивания монослоев Si(111)-(7×7) наблюдалось формирование пирамидальных структур (рис. 1). Среднее расстояние между ступенями составляло в разных экспериментах от 25 нм до 1,5 мкм, а количество террас в пределах одной пирамидальной структуры достигало нескольких десятков. Высота моноатомной ступени, как элемента естественного рельефа поверхности кремния, может быть привязана (traceable) к параметру кристаллической решетки кремния и рассматриваться в качестве природной фундаментальной константы ($h = 3,14 \pm 0,01 \text{ \AA}$) [2, 3]. Таким образом, высота пирамидальной структуры при определённых параметрах роста может достигать десятков нанометров.

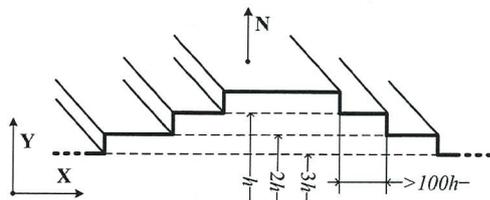


Рис. 2. Схематическое изображение применения пирамидальной структуры для калибровки системы развёртки СЭМ (см. пояснения в тексте).

Поперечное сечение пирамидальных структур, полученных, например, сколом и расположенных в плоскости изображения СЭМ, может быть использовано в качестве тест-объектов для калибровки увеличения по высоте моноатомной ступени ($h = 3,14 \pm 0,01 \text{ \AA}$). Схематическое изображение такого тест-объекта представлено на рис. 2 (X и Y - направления развёртки).

Стоит отметить, что необходимым условием для калибровки с использованием такой структуры является достаточность разрешения микроскопа для визуализации отдельных моноатомных ступеней. Хотя современные сканирующие электронные микроскопы характеризуются разрешением 4 \AA , однако, их дальнейшее совершенствование неизбежно потребует тест-объектов соответствующего диапазона длин.

Список литературы:

1. A.V. Latyshev, A.L. Aseev, A.B. Krasilnikov, and S.I. Stenin, Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation, Surf. Sci. (1989) V. 213. P. 157—169.
2. L. I. Fedina, D. V. Sheglov, S. S. Kosolobov, A. K. Gutakovskii, and A. V. Latyshev, Precise surface measurements at the Nanoscale, Meas. Sci. Technol. 21 (2010) 054004
3. J. Martin, U. Kuetgens, J. Stümpel, and P. Becker, The silicon lattice parameter—an invariant quantity of nature? Metrologia (1998), 35, 811.

C42 ИДЕНТИФИКАЦИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК, СФОРМИРОВАННЫХ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ НА ПОВЕРХНОСТИ СЛОЯ ЗОЛОТА НА СТЕКЛЕ

О.Н. Сидельникова¹, А.Н. Саланов², А.Н. Серкова²

¹Институт химии твердого тела и механохимии

СО РАН, ул. Кутателадзе, 18

630128, Новосибирск

olsi@solid.nsc.ru

²Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН

Ключевые слова: нанотрубки, тонкие пленки, ионный обмен, стекло

В настоящей работе приводятся результаты исследования формирования углеродных нанотрубок при комнатной температуре на поверхности слоя Au в результате отрыва фрагмента слоя Au от стеклянного субстрата. Основным методом исследования служил метод РЭМ (микроскоп JSM-6460RV, Joel, Japan) с приставкой для рентгеновского энергодисперсионного анализа (INCA Energy-350, Oxford Instruments). Нанесение тонкого слоя Au (50-200 нм) осуществлялось с помощью специальной установки Auto Fine Coater JFC Joel. Отрыв фрагмента слоя Au проводился путем приложени вертикальной нагрузки прилагалась к держателю, приклеенному к слою Au на поверхности стекла (Рис. 1).

Результаты исследования свидетельствуют о зависимости морфологии границы отрыва фрагмента слоя Au от рельефа поверхности стеклянного субстрата (Рис. 2 а-с). Граница отрыва фрагмента слоя Au от гладкой поверхности стекла без обработки является резкой и ровной (Рис. 2 а). Морфология границы отрыва фрагмента слоя Au от стеклянного субстрата, обработанного химическим травлением [1], неоднородна, с большим количеством выступов (Рис. 2 б), что объясняется шероховатым микрорельефом поверхности стеклянного субстрата с выступами, ямками, ступенями, образованными в процессе химического травления. В случае поверхности стекла, модифицированной методом поверхностного ионного обмена, граница отрыва фрагмента слоя Au точно совпадает с системой микротрещин [2, 3], образованных в результате обмена ионов Na^+ в стекле на ионы Li^+ , диффундирующие из ионно-обменной пасты (SIEP), Рис. 2 с. Неожиданным результатом проведенных экспериментов является обнаружение нанотрубок, образованных после отрыва фрагмента слоя Au от стеклянного субстрата и хранения образцов при комнатной температуре на воздухе (Рис. 3 а-б). Образование нанотрубок локализовано вблизи границы отрыва фрагмента слоя Au. Методом рентгеновского энергодисперсионного анализа (РДА) идентифицированы наблюдаемые нанотрубки как углеродные. Результаты РДА-картирования свидетельствуют о том, что области локализации углерода на поверхности Au практически точно совпадают с локализацией нанотрубок. По мнению авторов, наблюдается механохимический эффект увеличения каталитической активности Au в результате отрыва тонкого слоя Au от стеклянного субстрата, который приводит к образованию углеродных нанотрубок на поверхности слоя Au в атмосфере, имеющей углерод содержащие примеси. Дополнительным подтверждением предположения о механохимическом эффекте являются результаты эксперимента, которые свидетельствуют об образовании углеродных нанотрубок при выдерживании образцов в атмосфере этилена после отрыва фрагмента слоя Au от стеклянного субстрата (Рис. 4).

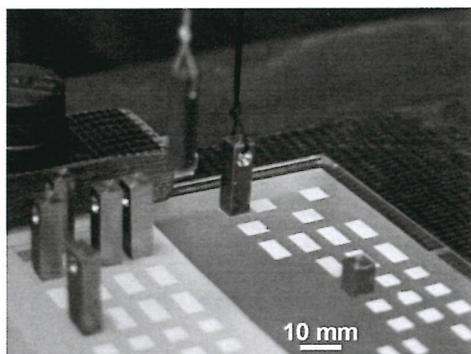


Рис. 1

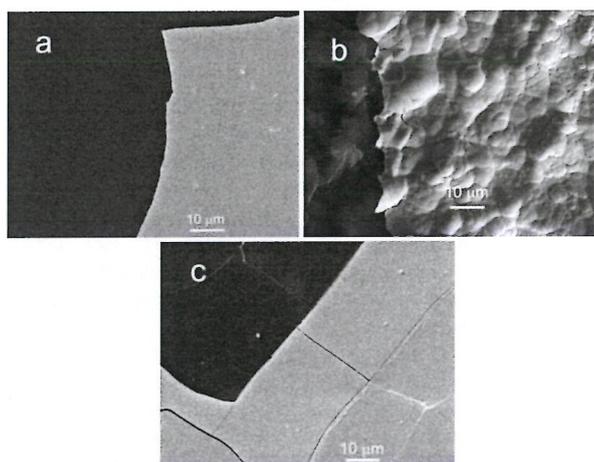


Рис. 2 а-с

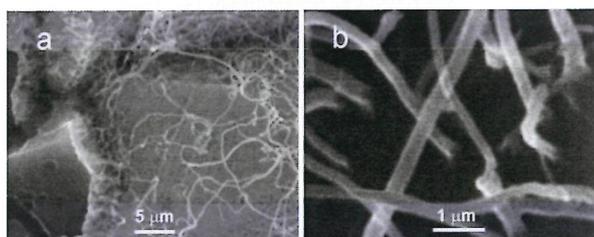


Рис. 3 а-б

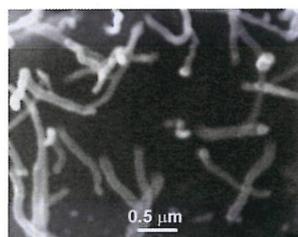


Рис. 4

ЛИТЕРАТУРА

1. Лазарева Е.К., Челсова Т.М., Верный А.А. Авт. Свидетельство СССР, № 948926 А, 1982.
2. Сидельников А.А., Свистунов Д.В., Сидельникова О.Н. Паста для матирования. Патент РФ на изобретение, №2238919, 2004.
3. Sidelnikova O.N., Salanov A.N. Surface structure of glass surface treated with the new frosting paste. Glass Tech.: Eur.J. of Glass Sci. Technol. August, 2008, 49, №4, p. 179-182.

С43 КОНЦЕНТРИЧЕСКИЕ МОНОАТОМНЫЕ СТУПЕНИ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ (111)

С.В. Ситников, С.С. Косолюбов, А.В. Латышев

Институт физики полупроводников

им. А.В. Ржанова СО РАН,

г. Новосибирск, пр-т. Ак. Лаврентьева 13, 630090

Sitnicovsv@gmail.com

Новосибирский государственный университет,

Пирогова 2, 630090

Методами *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии (СВВ ОЭМ) и *ex situ* атомно-силовой микроскопии (АСМ) проведены исследования процессов самоорганизации моноатомных ступеней на поверхности кремния (111) в условиях высокотемпературной сублимации. Предварительно, на поверхности образца кремния вытравливалась лунка глубиной 1-5 мкм низкоэнергетическим пучком аргона. Далее подложка помещалась в камеру СВВ ОЭМ, где поверхность образца очищалась термическим отжигом, после которого на дне лунки формировался участок поверхности с концентрическими моноатомными ступенями высотой 0,314 нм, ограничивающими двумерные отрицательные островки (рис. 1). В процессе сублимации радиус кривизны ступеней увеличивался, и при достижении критического радиуса центрального островка на террасе зарождался новый двумерный отрицательный островок. На основании измерений критического радиуса, при котором зарождался новый островок в центре террасы, определена длина миграции адатомов по поверхности кремния (111) в интервале температур 1000-1300°С. Измерена кинетика разрастания двумерных отрицательных островков в интервале температур 900-1300°С при сублимации

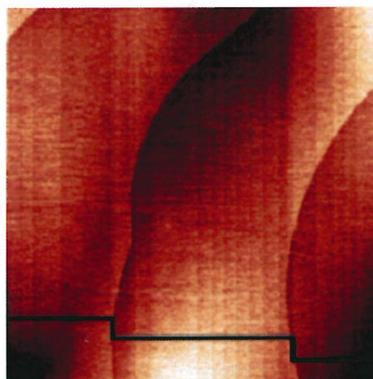


Рис 1. АСМ-изображение ($40 \times 40 \text{ мкм}^2$) концентрических ступеней со схематическим изображением рельефа.

На основании полученных данных по кинетике на поверхности кремния (111), созданы поверхности с концентрическими ступенями, ограничивающие террасы, размерами 10-200 мкм, которые могут быть использованы для калибровки АСМ.

C44 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ФОСФОЛИПИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ И МЕТОДЫ ИХ ИЗМЕРЕНИЯ

О.С. Стрекалова, О.М. Ипатова, Н.В. Медведева, В.Н. Прозоровский

Учреждение Российской академии медицинских наук Научно-исследовательский институт биомедицинской химии имени В.Н. Ореховича РАМН г. Москва ул. Погодинская д.10
strekalova.oksana@gmail.com

Интенсивное развитие наноиндустрии может негативно отразиться на здоровье последующих поколений за счет способности наноматериалов оказывать повреждающее действие на организм. Очень высокая удельная поверхность (в расчете на единицу массы) наноматериалов увеличивает их адсорбционную емкость, химическую реакционную способность и каталитические свойства. Это может приводить к повреждению биологических структур на клеточном уровне (липидов, белков, нуклеиновых кислот). Вследствие очень малых размеров наночастицы могут встраиваться в мембраны, проникать в клеточные органеллы, пересекать гематоэнцефалический барьер и, тем самым, оказывать воздействие на функциональную активность биоструктур.

Отсутствие информации о взаимосвязи токсического и деструктивного воздействия наночастиц на живую клетку с их физико-химическими характеристиками (в частности, с размером наночастиц) инициируют во всем мире разработку надлежащих мер контроля и надзора призванных минимизировать токсическое воздействие нанотехнологической продукции. В этой связи актуальным представляется комплексный анализ физико-химических свойств исследуемых наночастиц с обязательным включением трех основных показателей: размер, площадь поверхности, заряд поверхности.

ИБМХ РАМН много лет занимается разработкой лекарственных препаратов на основе растительных фосфолипидов. В последние годы коллективом авторов была разработана оригинальная технология производства фосфолипидных наночастиц, размером менее 30 нм в сухом лиофилизированном виде, которая может быть использована в качестве системы транспорта лекарств в организме. Однако в настоящее время нет единых метрологических подходов для оценки физико-химических свойств наночастиц липидной природы, нет стандартных образцов для калибровки по размерам наночастиц диаметром менее 20 нм. Данная область измерений пока является метрологически необеспеченной.

Для изучения физико-химических характеристик (размер частиц, поверхностный заряд) полученных наночастиц были использованы лазерно-корреляционный анализ (Beckman N5 Submicron Particle Size Analyzer, «Beckman Coulter, Inc.», США), атомно-силовая микроскопия (NTEGRA «NT-MDT», Россия) и метод свето-динамического рассеяния (Delsa™ Nano Series Zeta Potential and Submicron Particle Size Analyzers, «Beckman Coulter, Inc.», США). Для стандартизации и унификации используемых нами методов определения размера наночастиц был разработан стандартный образец (патент №98817).

C45 СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА Т-900 ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРОННЫМИ ПУЧКАМИ С ВЫСОКОЙ ПЛОТНОСТЬЮ ЭНЕРГИИ

М.В. Тренихин¹, Ю.Г. Кряжев², Н.Н. Коваль³, А. Терехов³, В.А. Дроздов², В.А. Лихолобов²

¹ИППУ СО РАН, 644040,

г. Омск, ул. Нефтезаводская, 54

tremv@ihcp.oscsbras.ru

²ОНЦ СО РАН, г. Омск

³ИСЭ СО РАН, г. Томск

В настоящей работе методом просвечивающей микроскопии высокого разрешения (ПЭМ ВР) показано, что воздействие импульсных электронных пучков высокой мощности на технический углерод марки Т-900 приводит к глубокой перестройке его структуры. Облучение образцов проводили субмиллисекундными электронными импульсами с плотностью энергии $10 \div 50$ Дж/см² (продолжительность импульса 100 мкс, число импульсов - 100) в вакуумной импульсной электронно-пучковой установке ИСЭ СО РАН с плазменным катодом. Для электронно-микроскопических исследований использовали микроскоп JEM-2100 "JEOL" (ускоряющее напряжение 200 кВ, разрешение по решётке 0,14 нм).

В качестве эталона для калибровки линейных размеров электронно-микроскопических снимков использовали изображение кристаллической решётки (111) – 0,235 нм, полученные с образца, содержащего частицы монокристаллов золота.

Согласно данным ПЭМ технический углерод Т-900 состоит преимущественно из сферических частиц (глобул) диаметром от 100 до 400 нм (рис. 1а), при этом наблюдается невысокая степень упорядоченности структуры графеновых слоев, составляющих глобулы. Расстояние между слоями составляет 0,36–0,42 нм.

При облучении образцов наблюдается глубокая структурная перестройка материала, в результате которой формируются частицы оригинальной морфологии, напоминающей срез бутона розы (рис. 1б). Снимки ПЭМ ВР этих частиц свидетельствуют о высокой степени упорядоченности графеновых слоев, характерной для графита (рис. 1в). Расстояние между слоями, измеренное по электронно-микроскопическим снимкам, составляет 0,36±0,01 нм. Картины дифракции электронов розоподобных частиц представлены несколькими довольно чёткими кольцами. Межплоскостные расстояния, определённые по дифракционной картине, имеют следующие значения: 0,355 нм, 0,219 нм, 0,176 нм и 0,126 нм (±0,003 нм). При этом картины дифракции исходных глобул содержат несколько «размытых» (нечётких) колец. Анализируя дифракционные картины, можно также сделать заключение о возрастании степени структурной упорядоченности графеновых слоёв, образующих розоподобные частицы, по сравнению с исходными глобулами. Кроме этого, в облучённых образцах наблюдались частицы со структурной упорядоченностью расположения графеновых слоёв в центральной части и неизменной (как в исходном Т-900) по морфологическим признакам внешней оболочкой.

В момент прохождения импульса электронного излучения через углеродный материал типа технического углерода в его приповерхностном слое можно ожидать повышения температуры до 3600 °С (согласно теоретической оценке ИСЭ СО РАН). При таких температурах возможна диссоциация углерод-углеродных связей. Чередование

импульсов разогрева и последующего быстрого охлаждения вследствие высокой теплопроводности углерода обусловит возникновение ударных волн в материале.

Увеличение пространственной протяженности параллельно расположенных графеновых слоёв в глобулах технического углерода марки Т-900 и наличие частиц с гибридной морфологией свидетельствует об определённой последовательности перестройки пространственной упаковки графеновых слоёв.

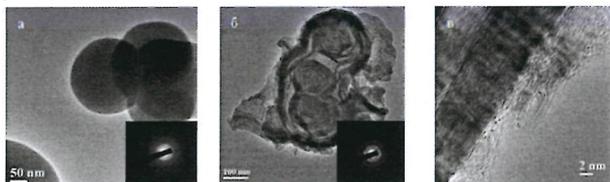


Рис. 1 – Электронно-микроскопические снимки технического углерода марки Т-900
а – исходные глобулы и полученная от них картина дифракции электронов
б – морфология частиц после воздействия электронными пучками и полученная от них картина дифракции электронов
в – снимок графеновых слоёв розоподобных частиц

C46 НАНОПОРИСТЫЕ МИКРОСФЕРЫ ОКСИДА ТИТАНА: СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ

И.Б. Троицкая, Т.А. Гаврилова, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В.

Ржанова СО РАН

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13

troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Химическим осаждением азотной кислотой из водного раствора титаната аммония при $pH = 1$ и $T = 100^\circ C$ получены моноразмерные сферические формы кристаллического TiO_2 диаметром ~ 30 мкм с развитой нанопористой структурой, которые при контакте с водой делятся на отдельные сегменты (Рис.1.а). Детальное исследование показало, что размер пор составляет ~ 10 нм (Рис. 1.б). Методами рентгенофазового анализа на дифрактометре «Bruker, X8APEX» и просвечивающей электронной микроскопии на приборе «BS513A» установлено, что фазовый состав полученных кристаллов соответствует высокотемпературной фазе TiO_2 со структурным типом рутила ($P4_2/mnm$, PDF 21-1276). На основании установленных характеристик синтезированных материалов и анализа условий образования данной фазы предложен механизм формирования нанопористых микросфер TiO_2 . Метод отличается высокой воспроизводимостью структурных характеристик продукта, не требует применения дополнительных высокотемпературных обработок и повышенных давлений. На основании полученных ИК- и КР-спектров для синтезированных кристаллов рассмотрены особенности их локальной структуры.

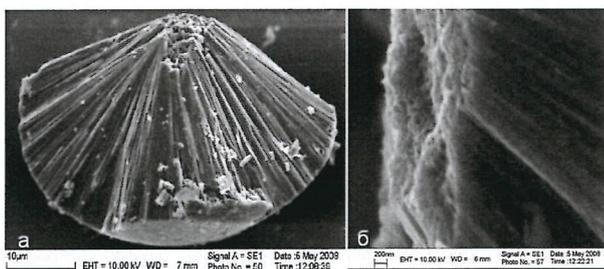


Рис.1. а)-осажденные сферические микрокристаллы TiO_2 , б)-нанопористая структура указанных кристаллов.

C47 ТЕРМИЧЕСКИЕ ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ НАНОКРИСТАЛЛОВ $h-WO_3$ И $h-MoO_3$

И.Б. Троицкая

Институт физики полупроводников им. А.В.

Ржанова СО РАН

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13

troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Оксиды вольфрама и молибдена в рамках одной фазы являются кристаллографическими аналогами. Атомный радиус молибдена составляет 0.139 нм, а вольфрама, в силу эффекта лантаноидного сжатия, – 0.140 нм. Столь близкие радиусы данных элементов определяют изоструктурность их кислородных соединений, заключающуюся как в аналогии строения полиэдров, так и способа их упаковки в кристаллической решетке. В настоящей работе представлен жидкостной способ получения нанокристаллов $h-WO_3$ и $h-MoO_3$. Метод заключается в осаждении азотной кислотой соответствующих оксидов из водных аммиачных растворов с металлом в составе аниона. Реакции для обоих случаев проводили в аналогичных условиях при $T = 100^\circ C$ и $pH = 1$. Осаждение кристаллов происходило при концентрации оксидов в растворе порядка 0.04 моль/л WO_3 или 0.023 моль/л MoO_3 .

Методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на установке LEO 1430 установлено, что кристаллы $h-WO_3$ имеют вид округлых нанопластинок диаметром ~ 100 нм и толщиной ~ 10 нм, а $h-MoO_3$ – равновесных шестигранных наностержней с правильной огранкой и поперечным сечением ~ 500 нм и длиной ~ 10 мкм (Рис.1 а, б). При этом пластинки WO_3 распределялись при высыхании равномерно, не агломерируясь, а стержни MoO_3 образовывали агрегаты, называемые в литературе «морскими ежами».

Методами дифференциального термического анализа (ДТА) в токе воздуха, в интервале температур $T = 20 \div 500^\circ C$ со скоростью подъема температуры $V = 10^\circ C / \text{мин}$ на приборе «Poulik-Poulik» и РФА получены данные, на основании которых произведено сравнение фазовых превращений полученных оксидов при прокатке до $T = 500^\circ C$ на воздухе. Обнаружено, что при прокатке, показывая идиентичный характер терморазложения, при температуре $390-400^\circ C$, $h-WO_3$ превращается в моноклинную структуру $\beta-WO_3$ ($P2_1/n$, PDF 43-1035), а $h-MoO_3$ – в высокотемпературную орторомбическую фазу $\alpha-MoO_3$ ($Pbmn$, PDF 05-0508). При этом происходит потеря массы образцов, которая для WO_3 составляет 12 %, а для MoO_3 – 6.5 %.

Для осажденных и прокаленных полиморфных модификаций получены ИК- и КР- спектры. Инфракрасные (ИК) спектры получены с использованием спектрометра INFRA LUM FT-801 (ООО Люмэкс) при спектральном разрешении 1 см^{-1} в диапазоне волновых чисел $\nu = 500 \div 4000 \text{ см}^{-1}$. Образцы для измерения ИК-спектров готовили методом запечатывания 1 мг исследуемого вещества в таблетку KBr массой 500 мг и толщиной 1 мм. Спектры комбинационного рассеяния (КР) получены с использованием КР спектрометра RFS-100s (Bruker) при спектральном разрешении 1 см^{-1} в диапазоне волновых чисел $\nu = 0 \div 2000 \text{ см}^{-1}$. Спектры КР, записанные для $h-WO_3$ и $h-MoO_3$, похожи и содержат интенсивные линии при $967, 685, 223$ и 122 см^{-1} , которые относят к мостиковым колебаниям связей O-W(Mo)-O. Однако ИК спектры этих веществ отличаются существенно: в спектре $h-MoO_3$ наблюдаются интенсивные полосы поглощения в области $920-1000 \text{ см}^{-1}$, которые относят к колебательным модам связей Mo=O, в области $700-800 \text{ см}^{-1}$ лежат полосы поглощения связи Mo-O-Mo. В ИК-спектре $h-WO_3$ содержатся интенсивные полосы поглощения адсорбированной воды и групп OH^- при 1620 и 3492 см^{-1} .

Таким образом, при прочих равных условиях в реакции осаждения азотной кислотой из водного раствора собственной соли аммония, вольфрам образует более оводненный оксид, оставаясь при этом в рамках фазы $h\text{-WO}_3$.

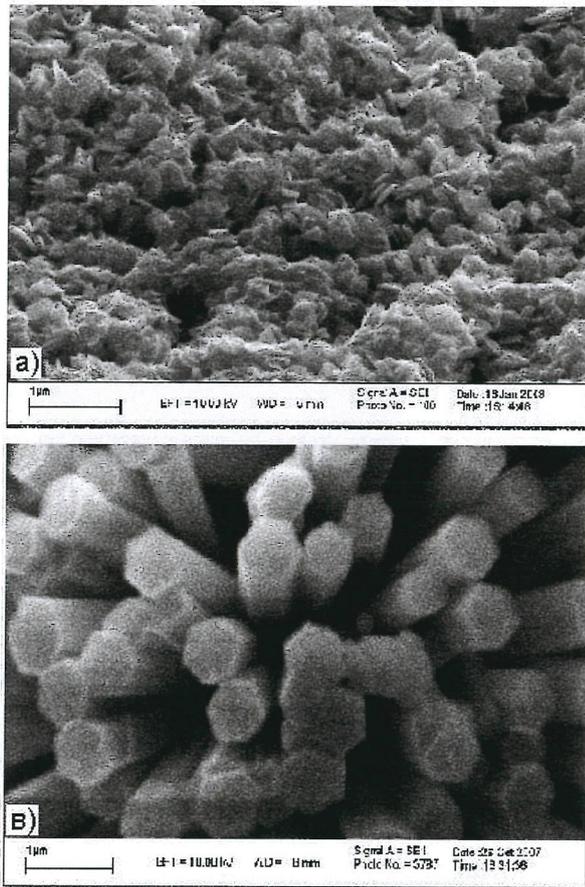


Рис.1. РЭМ изображения: а) WO_3 нанопластины; б) MoO_3 наностержни. На основании данных РФА, полученных с использованием рентгеновского дифрактометра Bruker X8APEX (Си K α -излучение, графитовый монохроматор) установлено, что фазовый состав оксидов в обоих случаях соответствует гексагональной модификации: $h\text{-WO}_3$ (PDF 33-1387) и $h\text{-MoO}_3$ (PDF 21-0569).

Автор выражает благодарность в.н.с. ИНХ СО РАН, д.х.н. Васильевой И.Г. за обсуждение результатов.

C48 ОПТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК La_2O_3 , СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин, В.А. Кочубей, В.Н. Кручинин, Л.Д. Покровский

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, 630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13 troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Метрология диэлектрических слоев оксидов с высокой диэлектрической проницаемостью (ϵ) - важная

задача наноэлектроники. Триоксид лантана La_2O_3 с $\epsilon \sim 25$ и шириной запрещенной зоны $E_g \sim 6$ eV является одним из оксидов, рассматриваемых для замещения традиционных диэлектриков SiO_2 и SiO_xN_y . В настоящей работе исследованы

структурные и оптические параметры аморфных пленок $\alpha\text{-La}_2\text{O}_3/\text{Si}$. Пленки La_2O_3 получены методом реактивного магнетронного распыления металлической мишени лантана в газовой смеси ($\text{Ar} + \text{O}_2$) при температуре подложки 200°C . Аморфное состояние оксида установлено методом дифракции электронов высоких энергий на отражение (ДЭВЭО). Оптические параметры пленки определены методом спектральной эллипсометрии (СЭ). Результаты измерения представлены на Рис. 1. Поглощения не обнаружено в спектральном диапазоне $\lambda = 250\text{-}1100$ нм. Дисперсия показателя преломления определена в рамках модели воздух – (однородная изотропная пленка) – (однородная изотропная полубесконечная среда). Спектральная зависимость $n(\lambda)$ описывается полиномом Коши вида:

$$n(\lambda) = a + \frac{b}{\lambda^2} + \frac{c}{\lambda^4}$$

с параметрами $a = 1.722$, $b = 1.268 \times 10^4$ и $c = 0.905 \times 10^{10}$, где λ в нм. Толщина пленки $\alpha\text{-La}_2\text{O}_3$ по измерениям СЭ составляет $h = 82.3$ нм.

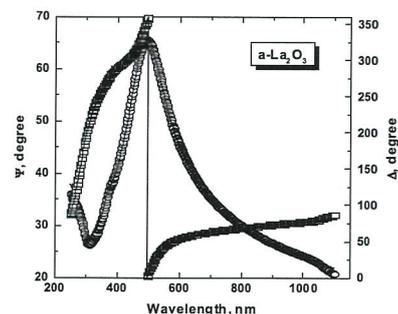


Рис. 1. Зависимости СЭ параметров Ψ и Δ от λ . Теоретическая кривая показана сплошной линией.

C49 ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОКРИСТАЛЛОВ $\beta\text{-GeO}_2$, ОСАЖДЕННЫХ ИЗ ВОДНОГО РАСТВОРА

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН 630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13 troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Нанокристаллы ацентричной высокотемпературной $\beta\text{-GeO}_2$ (P321, PDF 43-1016), представленные на Рис. 1.а, синтезированы осаждением из водного раствора германата аммония азотной кислотой при $T = 100^\circ\text{C}$ без применения последующей высокотемпературной обработки [1]. Стабильность данной фазы при хранении при комнатной температуре в течение 2 лет установлена методом РФА на дифрактометре «ДРОН-2УМ». Особенности локальной структуры, обуславливающие стабильность осажденной $\beta\text{-GeO}_2$, установлены на основании спектральных характеристик, полученных ИК спектроскопией на приборе INFRA LUM FT-801. Спектр оптического пропускания данных кристаллов измерен на спектрометре SHIMADZU UV-3101 PC UV-vis-NIR. Измерение поглощения в УФ области показывает резкий край при 220 нм, обусловленный фундаментальным поглощением. Ширина запрещенной зоны, рассчитанная на основании графика оптической плотности, показанном на Рис.1.б, составляет 5.72 eV.

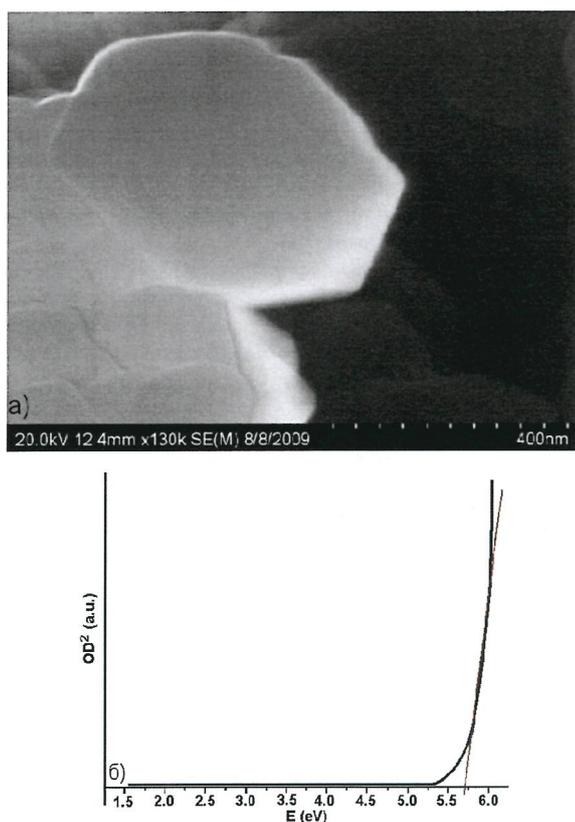


Рис.1. а). РЭМ изображение нанокристаллов β -GeO₂, б) оптическая плотность в зависимости от энергии кванта для осажденной β -GeO₂.

Литература

1. C.V. Ramana, G. Carbajal-Franco, I.B. Troitskaia, S.A. Gromilov, V.V. Atuchin. Material Science and Engineering B, 174 (1-3) (2010) 279-284.

C50 СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОСТЕРЖНЕЙ h-MO₃

И.Б. Троицкая, В.В. Атучин

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН

630090, Новосибирск, пр-т Ак. Лаврентьева, 13
troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

В настоящей работе определены спектральные характеристики наностержней h -MoO₃ (PDF 43-1016), осажденных из водного аммиачного раствора оксида молибдена азотной кислотой [1]. Методом РЭМ на установке Hitachi 4800 (Рис. 1.а) установлено, что образуются правильные шестигранные равновесные стержни с габитусом 1:20, длиной 10 мкм и толщиной до 500 нм. Методом РЭМ-РМА обнаружены равномерно распределенные сигналы кислорода и молибдена с соотношением O:Mo = 3 ± 0.17 , дополнительных примесей не наблюдается. Спектр оптического поглощения, впервые полученный для данной модификации оксида молибдена (Рис. 1.б), свидетельствует об отсутствии примесей и кислородных вакансий. Наблюдается резкий край поглощения при $\lambda = 411$ нм, что соответствует ширине запрещенной зоны $E_g = 3.017$ eV. Спектральные характеристики получены с использованием ИК-спектрометра INFRALUM FT-801 (ООО Люмекс) в диапазоне волновых чисел 500-4000 см⁻¹ и КР-спектрометром

RFS-100s (Bruker). Методом ДТГ на приборе Poulik-Poulik исследована термическая стабильность данных кристаллов при прокалке в токе воздуха до 500°C. Методом РФА на дифрактометре ДРОН-2УМ установлена стабильность данной полиморфной модификации оксида молибдена при хранении на воздухе при нормальных условиях в течение 6 месяцев.

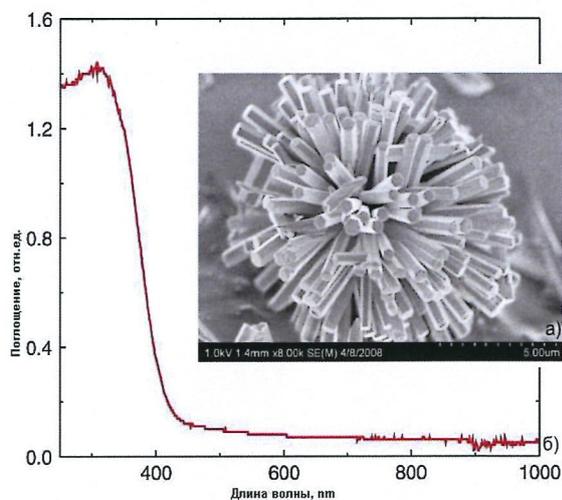


Рис.1. а)-РЭМ изображение, б)-спектр оптического поглощения h -MoO₃ наностержней.

Литература:

1. В.В. Атучин, Т.А. Гаврилова, В.Г. Костровский, Л.Д. Покровский, И.Б. Троицкая, Неорганические материалы, 44, 714, (2008).

C51 СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛОВ Me₂Ti₂O₇ (Me – La, Pr, Nd)

Троицкая И.Б., Атучин В.В.

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН

630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 13
E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Кристаллы высокотемпературных сегнетоэлектриков Me₂Ti₂O₇ (Me – La, Pr, Nd), получены методом твердофазного синтеза из стехиометрической смеси Me₆O₁₁ (99.9%) и TiO₂ (99.99%) при $T = 850^\circ\text{C}$. Методом РЭМ на установке LEO 1430 для всех кристаллов установлена однотипная округлая неограниченная форма с моноразмерным диаметром ~ 1 мкм. При этом кристаллы La₂Ti₂O₇ имеют молочный цвет, Pr₂Ti₂O₇ – светло-зеленый, Nd₂Ti₂O₇ – сиреневый. Рентгенограммы образцов соответствуют моноклинной фазе (ICDD: 33-492) [1]. Структура данных кристаллов состоит из слоев октаэдров [TiO₆] с встроенными в межслоевое пространство атомами La, Pr или Nd. ИК-спектры, полученные на ИК-спектрометре INFRALUM FT-801 (LUMEX) методом запечатывания в таблетку KBr, идентичны. Они содержат интенсивную широкую полосу в области $\nu = 550 \div 571$ см⁻¹ с пиками при 550, 555, 564 и 571 см⁻¹, которая относится к внутренним деформационным колебаниям искаженных октаэдров [TiO₆], с измененным углом связи O_{II}-Ti-O_I. Полоса при 506 см⁻¹ может быть отнесена к внешним колебаниям [TiO₆]. ИК-полосы при 634 см⁻¹ и 745-806 см⁻¹ относят к колебаниям Ti-O. Слабые полосы в области спектра $\nu = 1000 \div 1200$ см⁻¹ могут быть вызваны колебаниями связей разупорядоченной

поверхности кристаллов. Таким образом, ИК-спектры в области $\nu = 550\div 1000 \text{ см}^{-1}$ не регистрируют колебания связей Me^{3+} . КР спектры указанных кристаллов измерены КР-спектрометром Raman RFS-100s (Bruker) в области $\nu = 100\div 1000 \text{ см}^{-1}$. Линии в области спектра $\nu = 100\div 490 \text{ см}^{-1}$ относят к колебаниям связей $\text{Me}-\text{O}$, в области $\nu = 100\div 557$ – к колебаниям внутренних связей икаженных октаэдров $[\text{TiO}_6]$, при 608 см^{-1} и $793\div 807 \text{ см}^{-1}$ относят к колебаниям $\text{Ti}-\text{O}$. Рельеф и высокое разрешение полос на ИК- и КР- спектрах, полученных в данной работе, свидетельствуют высокое качество и кристалличность синтезированных указанным методом кристаллов $\text{Me}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$.

Литература

[1] K. Krishnankutty, K.R. Dayas, Bull. Mater. Sci. 31 (6) (2008) 907-918.

C52 ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПТФЭ ПРИ ДОБАВЛЕНИИ ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ

П.Н. Петрова¹, А.Л. Федоров²

¹ Институт проблем нефти и газа СО РАН, Якутск

² ФГАОУ ВПО Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова

В данной работе приводятся результаты исследований процессов структурообразования маслonaполненных полимерных композиционных материалов (ПКМ) на основе политетрафторэтилена (ПТФЭ) и ее взаимосвязи с трибологическими свойствами.

По результатам трибологических исследований установлено, что модифицирование ПТФЭ и его композитов с активированными природными цеолитами моторным маслом приводит к снижению скорости массового изнашивания в 460-1000 раз по сравнению с исходным ПТФЭ.

Для выяснения причин повышения износостойкости ПКМ был проведен ряд структурных исследований с применением методов рентгеноструктурного анализа в больших и малых углах, электронной микроскопии и инфракрасной спектроскопии.

Структурными исследованиями установлено, что компоненты жидкой смазки принимают непосредственное участие в процессах структурообразования полимера. Выявлено, что компоненты жидкой смазки, введенной в полимер, выступают в роли зародышеобразователей, в результате действия которых возникают упорядоченные области полимера, являющиеся центрами кристаллизации. Анализ рентгенограмм МУРР маслonaполненных композитов с содержанием цеолитов показал, что для этих композитов можно использовать форм-факторы близких к однородным равноосным наночастицам. Структурными моделями таких частиц являются однородные сферы. Рентгенограмма композита, полученного пропиткой моторным маслом в отсутствие цеолитов, не соответствует этой структурной модели. Это указывает на то, что компоненты жидкой смазки приводят к формированию в объеме полимера кристаллитов более сложной формы, чем грубoравноосные однородные наночастицы.

На основании проведенных исследований установлено, что компоненты жидкой смазки с одной стороны обеспечивают торможение термоокислительной деструкции, с другой стороны – выступают в качестве инициаторов структурообразования в полимере и способствуют образованию высокоупорядоченной структуры, что и является основной причиной повышения износостойкости разработанных ПКМ.

C53 ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ КАРБОНИТРИДА КРЕМНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНО-ПЛАЗМЕННОГО СИНТЕЗА

М.Н. Хомяков^{1,2}, Г.Н. Грачев¹, В.Н. Демин³, М.И. Зимин², А.Л. Смирнов¹

¹ИЛФ СО РАН, Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева, 13/3, 630090, khom@inbox.ru

²НГУ, Новосибирск, ул. Пирогова, 2, 630090

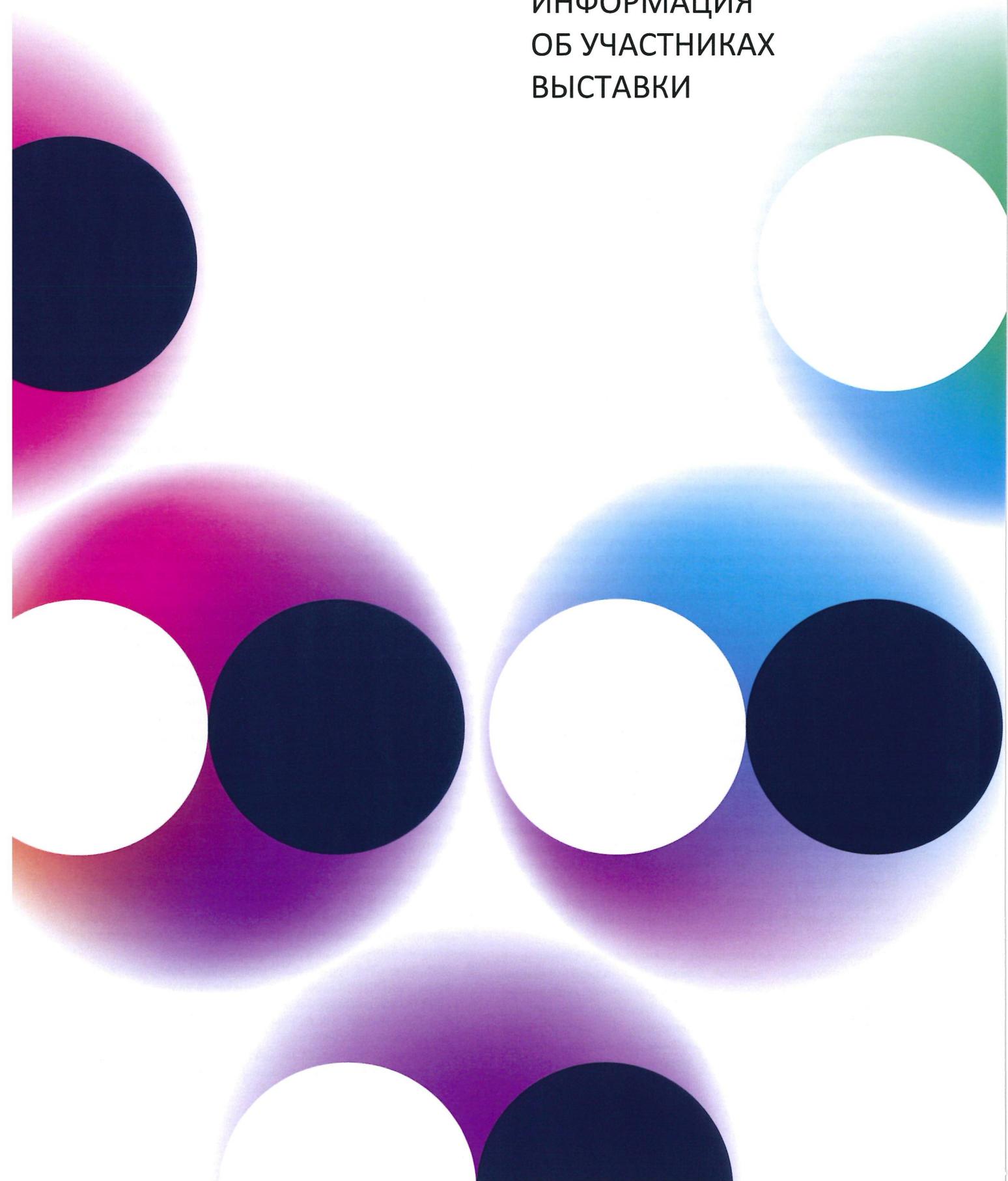
³ИНХ СО РАН, Новосибирск, пр-т Акад. Лаврентьева, 3, 630090

Твердость является одной из важнейших механических характеристик функциональных покрытий, определяющих их эксплуатационные возможности. В работе приведены результаты исследования нанокomпозитных покрытий карбонитрида кремния, нанесенных на поверхность нержавеющей стали методом лазерно-плазменного синтеза [1]. Измерения твердости выполнены методом наноиндентирования на сканирующем нанотвердомере НаноСкан-3D, совмещающем функции твердомера и сканирующего силового микроскопа [2]. Согласно международному стандарту по наноиндентированию ISO 14577 измерения твердости тонкого покрытия, без влияния подложки возможно только при глубине индентирования не более 10% от толщины покрытия. Однако в данном случае микронеровности поверхности, связанные в основном, с неровностями исходной подложки и неоднородность структуры нанокomпозита состоящего из сверхтвёрдых нанокристаллитов (30-35 ГПа) и значительно менее твёрдой матрицы (для синтезированных SiCN покрытий – разупорядоченный графит) ограничивают минимальный размер индента в процессе измерений, вынуждают проводить предварительное сканирование рельефа поверхности покрытия, а также проводить и усреднять большое количество измерений.

В ходе выполнения работы измерения проводились с нагрузками в диапазоне от 5 до 140мН, причем для каждой нагрузки делалось не менее 10 индентов. Нагрузки на индентор обеспечивали глубину проникновения индентора в материал на глубину от 20% до 300% от толщины покрытия. Таким образом, формировалась зависимость твердости системы пленка-подложка от глубины внедрения индентора. Анализируя данную зависимость, используя методики, приведенные в работах [3,4] определена истинная твердость пленки без влияния подложки. Установлено, что хотя оба метода дают в целом близкие значения твердости, метод [3] чувствителен к выбору безразмерного параметра k , зависящего как от формы индентора, так и от типа покрытия, и может давать значительный разброс значений расчетной твердости. В то время как метод [4] более универсален, не требует дополнительных измерений твердости подложки и дает, по-видимому, более точное значение твердости покрытия. В результате определено, что средняя твердость исследованных нанокomпозитных покрытий карбонитрида кремния на нержавеющей стали достигает 20 ГПа.

1. В.Н. Демин, Г.Н. Грачев, А.Л. Смирнов, А.М. Бакланов. Третья всерос. конф. НАНО 2009. Екатеринбург 20-24апреля 2009. Тезисы докладов с.831-833.
2. К.В. Гоголинский, Н.А. Львова, А.С. Усеинов//Заводская лаборатория, №6, 2007, т.73.
3. B. Jönsson, S. Hogmark //Thin Solid Films, 114 (1984) 257-269.
4. A.M.Korsunsky, M.R.McGurk, S.J.Bull, T.F.Page //SurfCoatTechnol 99(1998)171-183

ИНФОРМАЦИЯ
ОБ УЧАСТНИКАХ
ВЫСТАВКИ





ООО «Евротек Дженерал» Эксклюзивный представитель компании Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG и официальный представитель компании IFG - Institute for Scientific Instruments GmbH на территории Российской Федерации

Адрес: 115114, г. Москва, Павелецкая наб., д.8 стр.6, офис 401

Тел./факс: +7(495)600-40-84

Email: info@eurotek-g.com Сайт: www.eurotek-general.com

Physik Instrumente (PI)

Немецкая компания – лидер в области создания и производства систем микро и нанопозиционирования:

- Гексаподов
- Подвижных платформ
- Микрометрических столов
- Высокоточных классических и пьезомикродвигателей
- Пьезоэлементов и пьезокерамики.



Это оборудование находит активное применение в аэрокосмической промышленности, астрономии, наноиндустрии, биотехнологии и медицине, полупроводниковой промышленности, метрологии и во многих других областях науки и промышленности.

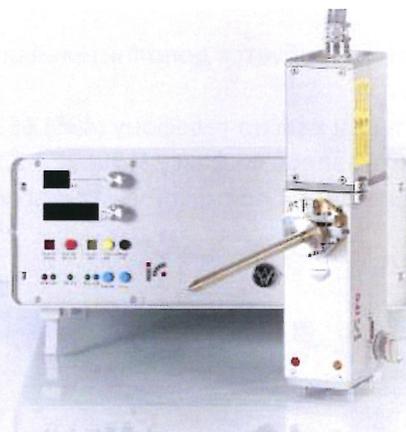
PI успешно работает на рынке более 30 лет.

Уникальные технологии и широкий ассортимент оборудования позволяют решать практически любые задачи в области прецизионного позиционирования.

IFG - Institute for Scientific Instruments

Немецкая фирма - производитель широкого спектра рентгеновского оборудования для лабораторий и производства.

Основное направление деятельности компании IFG - это исследования и разработка оборудования в области рентгеновской оптики и рентгеновского анализа. Компания производит широкий спектр капиллярной рентгеновской оптики (различные рентгеновские линзы, полулинзы и т.п.), рентгеновские фильтры и монохроматоры. Также специалистами компании разработаны установки и модули для различных видов рентгеновского анализа. Системы дифрактометрического и флуоресцентного анализа разрабатываются и производятся согласно специальным требованиям заказчика.



Установки ELBRUS и iMOXS являются главными представителями такого рода систем и хорошо известны многим специалистам в области рентгеновского анализа.

МЕТТЛЕР ТОЛЕДО – это международная корпорация, объединившая в себе талант учёных, инженеров, рабочих и менеджеров пяти континентов. Штаб-квартира компании находится в Швейцарии, продукция производится на заводах в Германии, Великобритании, США, Японии, Швейцарии и других странах. За время своего развития **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО** объединила в себе более десятка фирм, обогативших компанию своим научным и производственным потенциалом.

Сегодня лабораторные весы и аналитические приборы **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО** составляют основу технического оснащения множества лабораторий по всему миру, способствуя научным исследованиям и открытиям. Успех компании – результат интенсивного развития и инноваций, направленных на достижение качества, надёжности, удобства и простоты в использовании приборов.

С 1964 года **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО** выпускает обширную номенклатуру приборов для испытаний материалов методами термического анализа: дифференциальная сканирующая калориметрия, термогравиметрия, термомеханический и динамический механический анализ.

Если Вам потребуется дополнительная информация по оборудованию **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО**, Вы можете

обратиться к нам по телефону (495) 651-98-86;
отправить запрос по факсу (499) 272-22-74;
или электронной почте inforus@mt.com

Оборудование марки **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО** используется учебными и исследовательскими учреждениями, а также предприятиями ведущих отраслей экономики для изучения и контроля следующих показателей:

- Температура плавления и кристаллизации;
- Степень кристалличности;
- Температура стеклования;
- Термическая и окислительная стабильность;
- Влияние добавок на физико-химические свойства материалов;
- Идентификация материалов, контроль содержания примесей, совместимость компонентов композиций;
- Время и степень отверждения;
- Коэффициент термического расширения и деформация;
- Модуль упругости и коэффициент потерь при динамическом анализе и т.д.

Представительство **МЕТТЛЕР ТОЛЕДО** в России обеспечивает методическую и метрологическую поддержку оборудования, осуществляет гарантийное и послегарантийное обслуживание.



П Р И Б О Р Ы

ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
ПОВЕРХНОСТЕЙ, ПЛЕНОК И ПОКРЫТИЙ

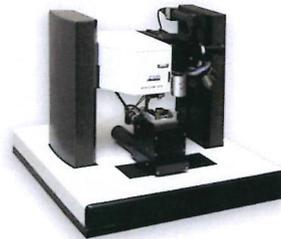


Настольный нановердомер на открытой платформе с нано-скретч тестером, АФМ и оптическим микроскопом

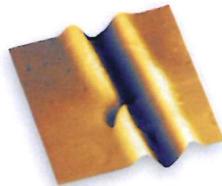
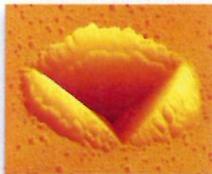
- Индентирование** [ультра-нано, нано, микро]
 - твердость и модуль упругости
 - скрытая и рассеянная энергия деформации
 - эластичность
 - вязкость разрушения
- Модульные приборы на платформах** для исследовательских целей
- Приборы для контроля качества**

Скретч-тест [нано, микро, макро]

- адгезия покрытий
- стойкость к царапанию
- износостойкость
- коэффициент трения



Скретч-тестер на компактной платформе и Revetest



3D Визуализация

- АФМ – Атомно-силовой микроскоп
- ConScan – конфокальный микроскоп
- Оптический микроскоп до x4000

Трибометрия [нано и микро]

- коэффициент трения
- степень износа
- наработка на износ
- фрикционные свойства смазок



Нано и Микро трибометры



Calotest и Calowear

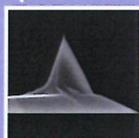
Измерение толщины покрытий от 0,1 до 50 мкм и анализ степени износа методом шарового истирания

Представительство CSM Instruments на территории России:
ЗАО "НИЕНШАНЦ", 193318, Санкт Петербург, ул. Ворошилова, 2
Тел: +7(812)326-5925, Факс: +7(812)325-5864
e-mail: lab equip@nanz.ru, www.medlab.nanz.ru

Аксессуары для СЗМ

➤ ЗОНДЫ ДЛЯ ШИРОКОГО КРУГА ИССЛЕДОВАНИЙ

Серия GOLDEN



Кремниевые АСМ зонды:
- острие зонда (6 нм)
- с проводящим (PtIr, TiN, Au) и магнитным (CoCr) покрытием

Серия TOP VISUAL



Зонды с иглой, наклонённой под широким углом к кантилеверу
- для высокоточного подвода к заданной точке образца

Серия ETALON



Поликремниевые АСМ зонды
- радиус кривизны 10 нм
- разброс по частоте +/- 10%

➤ ЗОНДЫ ДЛЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Серия WHISKER TYPE



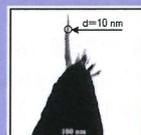
Зонды для исследований узких и глубоких объектов

Серия DIAMOND



Анодно-окислительная литография на пленке Ti. Полуконтактный метод, размер скана: 8 x 8 мкм. Сверхпрочные зонды для нанолитографии

Серия DLC (diamond like carbon)

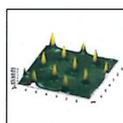


Зонды со сверхострыми наращенными иглами (1 нм) для исследований единичных молекул

➤ ДРУГИЕ АКСЕССУАРЫ

- Серия СБОМ. Зонды и другие аксессуары для СБОМ
- Тестовые образцы. НОРР, образец ДНК, образец кремния (111) с моноатомными ступенями и др.
- Калибровочные решетки. Для вертикальной, латеральной калибровки и 3D визуализации иглы зонда

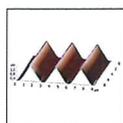
ВСЕ КАЛИБРОВОЧНЫЕ МЕРЫ ВНЕСЕНЫ В ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР И МОГУТ ПОСТАВЛЯТЬСЯ С СЕРТИФИКАТОМ О КАЛИБРОВКЕ МЕЖДУНАРОДНОГО ОБРАЗЦА.



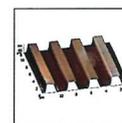
Решетка для оценки формы иглы



Решетка для одновременной калибровки по X, Y, Z



Решетка для калибровки по X или Y и определения нелинейности сканера



Решетка для калибровки по Z (от 20 до 500 нм)

www.ntmdt.com

www.ntmdt-tips.com

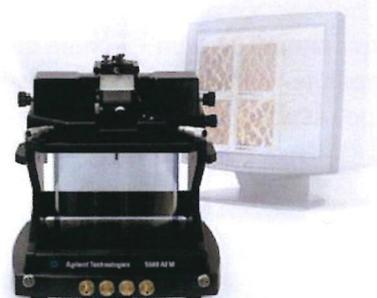


124482, Россия, Москва, Зеленоград, к.100
т.: +7 (499) 735-7777; ф.: +7 (499) 735-6410
e-mail: spm@ntmdt.ru; www.ntmdt.ru



ЗАО «Компания «НТНК» является официальным дистрибьютором ведущего мирового производителя измерительного оборудования Agilent Technologies (США). Сайт: www.agilent.com/find/nano
 Для измерений и исследований в нанотехнологии мы предлагаем атомно-силовые микроскопы, наноинденторы и растровые электронные микроскопы.

Атомно-силовые микроскопы Agilent – это высокоточные модульные приборы, работающие под управлением профессионального программного обеспечения. Исследования могут проводиться в условиях контролируемой газовой среды, в потоке жидкости и при воздействии температуры от -30°C до +250°C. Используемые в системах АСМ сканеры Agilent имеют специальную запатентованную маятниковую конструкцию для реализации режима сканирования зондом, отличающуюся лучшими характеристиками при сканировании.



Системы Agilent Nano Indenter для осуществления наноиндентирования и измерения механических свойств поверхности полностью соответствуют частям 1, 2 и 3 стандарта ISO 14577.

Базовая комплектация системы Nano Indenter G200 позволяет осуществлять наноиндентирование и проводить скретч тест. Система Nano Indenter G200 работает под управлением профессионального программного обеспечения Agilent NanoSuite. Система включает: прибор Nano Indenter, индентирующую головку с установленным наконечником индентора, моторизованную систему позиционирования объекта с видеонаблюдением и оптическим микроскопом, комплект стандартных образцов, систему виброзащиты и шкаф защиты от внешних воздействий, стойку электроники, управляющий контроллер с USB интерфейсом, полное профессиональное программное обеспечение Agilent NanoSuite, персональный компьютер с необходимым программным обеспечением и принтер.

Система Agilent Nano Indenter может быть оснащена опциональными модулями, таким образом, обеспечивая полную гибкость при проведении эксперимента наноиндентированием.

Растровый электронный микроскоп с полевой эмиссией Agilent 8500 FE-SEM – это новый класс приборов. Он сочетает компактную конструкцию и высокое разрешение. Этот микроскоп не требует специальной подготовки и аттестации помещения и может быть установлен в любой существующей лаборатории. Это полноценный микроскоп с полевой эмиссией, обеспечивающий разрешающую способность лучше 10 нм при малом ускоряющем напряжении до 2 кВ.



ЗАО «Компания «НТНК»
 +7(495) 619-78-18, +7(495) 619-50-90
www.ntnk.ru



ООО «Системы для микроскопии и анализа»
 119333, г. Москва, Ленинский проспект, 59, стр.2.
 Тел.+7 495 933 43 17
www.microscop.ru

Удаленный доступ – новые возможности управления электронными микроскопами в реальном времени на расстоянии



Нанотехнологии всегда связаны с необходимостью изучения, измерения и работы с нанообъектами, что в свою очередь требует наличия современных микроскопов и другого высокотехнологичного оборудования, а так же методов их использования.

Возможность удаленно управлять аналитическим оборудованием позволяет

превратить сложный дорогостоящий процесс исследования и анализа в общедоступный сервис.

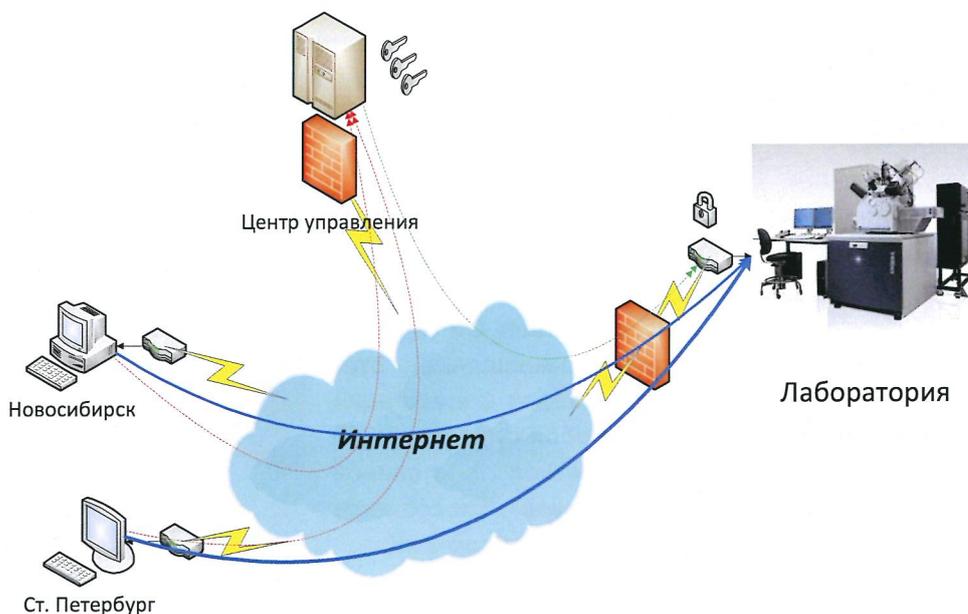
Используя новые доступные технологии и быстрые каналы связи, Вы имеете возможность дистанционного подключения к оборудованию с обеспечением необходимых мер безопасности.

Использование удаленного доступа к высокотехнологичному оборудованию предоставляет Вам следующие преимущества:

- Снижение затрат на научно-исследовательские работы, проводимые на микро- и наноуровне;
- Расширение исследовательской базы без значительных вложений;
- Возможность одновременной работы над одним объектом специалистами, дистанционно удаленных друг от друга;
- Дополнительные возможности для дистанционного образования в высших учебных заведениях;
- Оперативная сервисная поддержка;
- Единый, доступный пул ресурсов;
- База методологий;
- Наличие квалифицированных специалистов;
- Перераспределение профильных компетенций;
- Быстрый удобный сервис.

Вы имеете возможность подключения к оборудованию следующих компаний-производителей:

- FEI
- PHI
- Phenom World



Травление, напыление и выращивание микро и нано структур



Компания **Oxford Instruments Plasma Technology** является мировым лидером в области производства плазмохимического оборудования для модификации материалов, выращивания наноструктур и создания микроэлектронных и оптоэлектронных компонентов.



Плазменное травление и осаждение

Атомно-слоевое осаждение

Ионно-лучевое травление и осаждение

Выращивание наноструктур

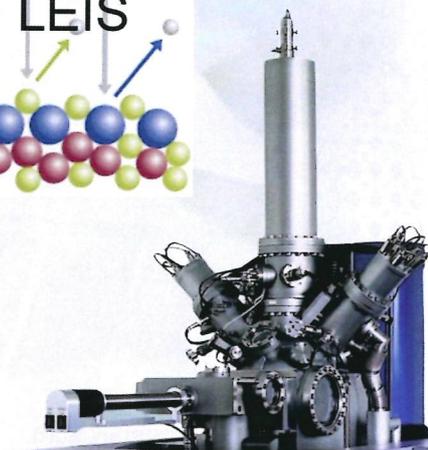
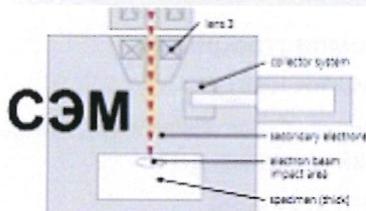
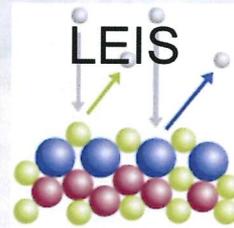
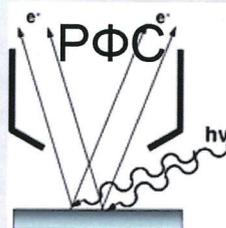
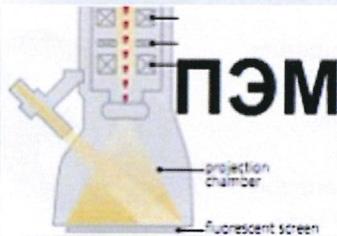
Гидридная эпитаксия

Магнетронное напыление

Анализ поверхности

При использовании одного метода невозможно получить всю необходимую информацию, однако, для решения определенных задач редко требуется применение всех доступных методов.

XPS, Auger, TOF SIMS, LEIS, UPS, SEM, TEM, EDX, EELS, FIB, EBSD....



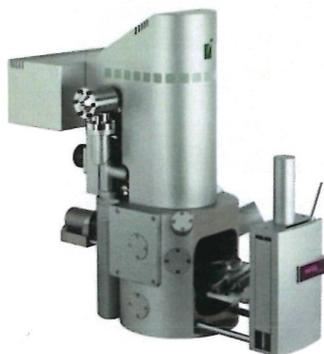


ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ НАНОИССЛЕДОВАНИЙ



Сканирующие электронные микроскопы
высокого разрешения с катодом Шоттки

- Разрешение от 1 нм
- Автоматическая система настройки и получения изображения
- Получение стереопары изображения образца в режиме реального времени



- Уникальные возможности работы с наноманипуляторами
- Модели с интегрированной системой сфокусированного ионного пучка (FIB)



Системы и решения для характеризации частиц



- Определение размеров частиц методом лазерной дифракции в диапазоне 0.02 - 2000 мкм в жидких и сухих образцах, аэрозолях.
- Анализаторы размеров, дзета-потенциала, средней молекулярной массы частиц в суспензиях, эмульсиях и коллоидных системах с использованием метода динамического светорассеяния. Диапазон определяемых размеров 0.3 нм - 10 мкм.



Офис и демонстрационно-методический центр:

195220, Россия, Санкт-Петербург, а/я 26
Гражданский проспект, д.11

Тел.: +7(812) 322-58-99

Факс: +7(812) 322-58-98

Тел. в Москве: +7 (495) 778-42-27

www.exiton-analytic.ru
sales@exiton-analytic.ru
www.tescan.ru

ОАО «РОСНАНО»

117036, Москва, проспект 60-летия Октября, 10А. Т: +7 495 988 5677

press@rusnano.com

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

119991, Москва, В-49, ГСП-1, Ленинский проспект, 9. Т: +7 495 236 0300

info@gost.ru

Сибирское отделение Российской академии наук

630090, Новосибирск, просп. Академика М.А.Лаврентьева, 17. Т: +7 383 1311

sbras@sbras.nsc.ru

Метрологический центр РОСНАНО

117036, Москва, Проспект 60-летия Октября, д. 10А. Т: +7 495 988 5659

info@rusnano-mc.com