

ТОМ 3

конференция

XXVIII Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов» г. Черноголовка, 7 – 10 сентября 2020г. Том 3. 254 с.

В сборнике опубликованы материалы XXVIII Российской конференции по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов», прошедшей 7-10 сентября 2020 г. в Московской области, г.Черноголовка. Представлены тезисы докладов в соответствии тематическими секциями: Новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа. Новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений; Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине; электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов; растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ; сканирующая зондовая микроскопия; исследование сверхбыстрых процессов, фемтосекундная микроскопия, динамическая электронная кристаллография; электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях; электронная микроскопия в химии, геологии и изучении предметов искусства; комплементарные (синхротронные и нейтронные и др.) методы.

Данное издание предназначено для учёных, специалистов, аспирантов и студентов, интересующихся современными методами электронной и зондовой микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нано-биоматериалов.

© 2020, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

ISBN 978-5-6045073-3-9 (т.3)

ISBN 978-5-6045073-0-8

Оглавление

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ	8
ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ	9
ПРОГРАММА КОНФЕРЕНЦИИ – РКЭМ-2020	10
СЕКЦИЯ 3. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ	18
Структурные особенности композиций PZT–LNO–Si	19
Атанова А.В., Жигалина О.М., Хмеленин Д.Н., Серегин Д.С., Воротилов К.А., Котова Н.М. НОВОЕ КОНДЕНСИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ, ВЫЯВЛЯЕМОЕ ПЭМ: ТРАНСРОТАЦИОННЫЕ МИКРОКРИСТАЛЛЫ, НАНОСТРУКТУРЫ С КРИСТАЛЛИЗУЕМЫХ АМОРФНЫХ ПЛЁНКАХ	21
Колосов В. Ю. ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ТИПА Fe-Cu-Nb-Si-B С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ Si-B	23
Ансович А.В., Крайнова Г.С., Плотников В.С., Ткачев В.В., Федорев А.Н., Фролов А.М. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОПЕРЕЧНОГО СРЕЗА ГЕТЕРОСТРУКТУР Ge/Si/SiO ₂ /Si(100).....	24
Сушков А.А., Павлов Д.А., Шенгуров В.Г., Денисов С.А., Чалков В.Ю., Минеев М.Н., Гагарин А.Г. ПЭМ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ НАНОЧАСТИЦ β-NaYF ₄ :Yb ³⁺ ,Tm ³⁺ ДО И ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ	25
Архарова Н.А., Орехов А.С., Каримов Д.Н., Орехов А.С., Хайдуков Е.В. СТРУКТУРНАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ ПЛЕНОК Фуллерит-алюминий	26
Баран Л.В. СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СУБМИКРОННЫХ ПЛЕНОК ЦТС С ГРАДИЕНТОМ СОСТАВА ПО ТОЛЩИНЕ.....	28
Пронин В.П., Старицын М.В., Валеева А.Р. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ЗАДАЧ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ПОРОШКОВ И КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ YAG:Ce.....	30
Волков П.А., Досовицкий А.Е., Досовицкий Г.А., Карпюк П.В., Коржик М.В., Кузнецова Д.Е. ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ТЕРМО- И ХИМОБРАБОТКИ НА СОСТАВ И СТРУКТУРУ ПОРИСТОГО АНОДНОГО ОКСИДА ТИТАНА	32
Волков Р.Л., Савчук Т.П., Гаврилин И.М., Дронов А.А., Боргардт Н.И., Гаврилов С.А. МАКРО- И МИКРОСТРУКТУРА ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ЖС6У В ЛИТОМ СОСТОЯНИИ И В МАТЕРИАЛЕ ИЗДЕЛИЙ СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ПРОВОЛОЧНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ.....	34
Гурьянов Д.А., Фортуна С.В., Калашников К.Н., Чумаевский А.В. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОСАЖДЕНИЕ И ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МАССИВОВ ДВУХЧАСТНЫХ НАНОПРОВОЛОК, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ ГЕНЕРАЦИИ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ.....	36
Ерохина Н.С., Черкасов Д.А., Загорский Д.Л., Каневский В.М., Чигарев С.С., Вилков Е.А., Панас А.И. САМООРГАНИЗАЦИЯ НАНООБЪЕКТОВ СЕРЕБРА В ТОНКОЙ ПЛЕНКЕ ОРГАНИЧЕСКОГО ПОЛУПРОВОДНИКА	37
Аристов И.М., Молодцова О.В., Ходос И.И., Поторочин Д.В., Аристов В.Ю. ИССЛЕДОВАНИЕ ИОННО-ИНДУЦИРОВАННЫХ ДЕФЕКТОВ В ГЕКСАГОНАЛЬНОМ НИТРИДЕ БОРА МЕТОДОМ КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ	39
Болотин К., Вывенко О.Ф., Гогица О.А., Ковальчук С., Петров Ю.В., Шаров Т.В. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК Рт и Рт-Rh.....	41
Калинин И.А., Росляков И.В., Напольский К.С. СТРУКТУРА И МОРФОЛОГИЯ ПЛЕНОК В-SiC, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В АТМОСФЕРЕ МЕТАНА.....	43
Синельников А.А., Солдатенко С.А., Канькин С.В. ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МИКРОСТРУКТУРА ПЛЕНОК ОКСИДА ОЛОВА	45
Синельников А.А., Канькин С.В., Солдатенко С.А., Рязцев С.В. СТРУКТУРА И ПРОЧНОСТЬ ОКСИДНЫХ КОМПОЗИТНЫХ ВОЛОКОН ПОВЫШЕННОЙ КРИПОСТОЙКОСТИ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ.....	47
Кийко В.М. СТРУКТУРА И ХАРАКТЕРИСТИКИ РАЗРУШЕНИЯ ВОЛОКНИСТЫХ И СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ С ХРУПКОЙ МАТРИЦЕЙ.....	49
Кийко В.М. СТРУКТУРА И ПРОЧНОСТЬ КОМПОЗИТА С МАТРИЦЕЙ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ И МОЛИБДЕНА, АРМИРОВАННОГО САПФИРОВЫМИ ВОЛОКОНАМИ.....	51
Кийко В.М., Коржов В.П., Курлов В.Н., Некрасов А.Н.	

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ РАЗРУШЕНИЯ И ПРОЧНОСТЬ ОКСИДНЫХ ВОЛОКОН, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА.....	52
Кийко В.М., Курлов В.Н., Некрасов А.Н., Пиженин Д.Г., Стрюков Д.О., Шикунов С.Л. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ СЛОЕВ GaN/Si(111) И ПАРАМЕТРОВ РОСТА В УСЛОВИЯХ ЭЦР-ПЛАЗМЫ.....	54
Ковальчук А.В., Шаповал С.Ю. ЛОКАЛЬНЫЙ РЕНТГЕНО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МАТРИЦЫ СЛОИСТОГО КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ТИТАНА С ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫМ УПРОЧНЕНИЕМ, АРМИРОВАННОЙ САПФИРОВЫМИ ВОЛОКНАМИ	56
Коржов В.П., Кийко В.М., Некрасов А.Н. КОНТРАСТ КАК СВИДЕТЕЛЬСТВО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ОКСИДНЫХ ВОЛОКОН С Ti-МАТРИЦЕЙ В СРАВНЕНИИ С МАТРИЦЕЙ ИЗ Nb-СПЛАВА В СЛОИСТО-ВОЛОКОННЫХ КОМПОЗИТАХ ТВЕРДОФАЗНОГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ.....	58
Коржов В.П., Кийко В.М. МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФFUЗНОГО РАССЕЯНИЯ ЭЛЕКТРОНОВ, НЕЙТРОНОВ И РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИМИ ТВЕРДЫМИ РАСТВОРАМИ МЕТАЛЛОВ ЗА СЧЕТ РАЗМЕРНОГО ЭФФЕКТА.....	60
СКОРОБОГАТОВА Т.В., КРИСЬКО О.В., СИЛОНОВ В.М. НАНОПРОВОЛОКИ $Fe_{1-x}Ni_x$, ПОЛУЧЕННЫЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОКРИСТАЛЛИЗАЦИИ.....	62
Кулинич В.И., Лялько Е.С., Рыбалко В.В., Чертова И.А. МНОГОСЛОЙНЫЕ ПЛЕНКИ ГРАФЕНА С РАЗОРИЕНТИРОВАННЫМИ 0001 МОНОСЛОЯМИ	64
МАТВЕЕВ В.Н., КОНОНЕНКО О.В., ВОЛКОВ В.Т., ХОДОС И.И. СТАТИСТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ДИСКРЕТНОГО ПРОЦЕССА МНОГОКРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ПУЧКА МОНОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ В СЛОЕ ВЕЩЕСТВА: ПРИЛОЖЕНИЕ К КОЛИЧЕСТВЕННЫМ МЕТОДАМ РЭМ.....	66
МИХЕЕВ Н.Н. МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ОБЛУЧЕННЫХ Г- КВАНТАМИ	68
НУРИЕВ И.Р., МЕХРАБОВА М.А., НАЗАРОВ А.М., ГАСАНОВ Н.Г., САДЫГОВ Р.М., КЯЗИМОВА А.И., АЛИЕВ Л.П. МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК ПОЛУМАГНИТНЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $Cd_{1-x}(Mn,Fe)_xSe$	70
НУРИЕВ И.Р., НАЗАРОВ А.М., МЕХРАБОВА М.А., САДЫГОВ Р.М., ФАРЗАЛИЕВ С.С., ФАРАДЖЕВ Н.В., ГАСАНОВ Н.Г. КОМПОЗИТНАЯ СТРУКТУРА КАК УПРОЧНЯЮЩИЙ ФАКТОР НЕРЖАВЕЮЩЕЙ АУСТЕНИТНОЙ ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ АДДИТИВНОЙ СТАЛИ	72
СТАРИЦЫН М.В., ПЕТРОВ С.Н., КУЗНЕЦОВ П.А., МИХАЙЛОВ М.С., ШАКИРОВ И.В. ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР РАЗЛИЧНОЙ ГЕОМЕТРИИ МЕТОДОМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ...73	
ПАНОВ Д.В., БОНДАРЕНКО Г.Г., БЕДИН С.А., ДОЛУДЕНКО И.М., ЗАГОРСКИЙ Д.Л. УПОРЯДОЧЕННЫЕ МАГНИТНЫЕ СТРУКТУРЫ: ФОРМИРОВАНИЕ СФОКУСИРОВАННЫМ ИОННЫМ ПУЧКОМ И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	75
ПЕТРОВ Ю.В., ГУСЕВ С.А., ЧУВИЛИН А.Л., ТАТАРСКИЙ Д.А., САПОЖНИКОВ М.В., МИХАЙЛОВСКИЙ В.Ю. ИССЛЕДОВАНИЕ НАНО-СТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК ОКСИДА КРЕМНИЯ С ПРИМЕСЬЮ ЦИНКА ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В МЕМРИСТОРАХ	77
ПРИВЕЗЕНЦЕВ В.В., СЕРГЕЕВ А.П., ИРЖАК Д.В., КОВАЛЬСКИЙ В.А., КИСЕЛЕВ Д.А., ТЕРЕЩЕНКО А.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ ПЕРЕХОДНОГО СЛОЯ НА ГРАНИЦАХ РАЗДЕЛА КРЕМНИЙ-СТЕКЛОВИДНЫЙ ДИЭЛЕКТРИК-КРЕМНИЙ ЧИПА МИКРОМЕХАНИЧЕСКОГО ТЕНЗОПРЕОБРАЗОВАТЕЛЯ.....	79
СОКОЛОВ Л.В. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ НА ВОЛЬТ-ФАРАДНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ SiO_2	81
КУЛАНЧИКОВ Ю.О., ВЕРГЕЛЕС П.С., ЯКИМОВ Е.Б. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЗАИМНОЙ ОРИЕНТАЦИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК GaAs В ГЕТЕРОСТРУКТУРЕ GaAs/Ge/GaAs МЕТОДОМ ДИФРАКЦИИ В СХОДЯЩЕМСЯ ПУЧКЕ	83
САЗОНОВ В.А., ПРИХОДЬКО А.С., БОРГАРТ Н.И., КУКИН В.Н., КАЗАКОВ И.П. НОВЫЙ МЕТОД ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК ДЛЯ ПРЯМОГО СИНТЕЗА УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК	85
МИТИНА А.А., ЯКИМОВ Е.Е., РЕДЬКИН А.Н. СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ПЛЕНОК, СФОРМИРОВАННЫХ ИЗ УСКОРЕННЫХ ИОНОВ C_{60} В АТМОСФЕРЕ АЗОТА.....	87
ПУХА В.Е. ХОДОС И.И., КАБАЧКОВ Е.Н. ОСОБЕННОСТИ МОРФОЛОГИИ ЧАСТИЦ АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ РАЗЛИЧНЫХ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ.....	89
САДОВСКАЯ Н.В., АВИЛОВ А.С., САЛЬКО А.Е. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛЫХ НАНОЧАСТИЦ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	91
СУХИНИНА Н.С.*, МАСАЛОВ В.М., ЖОХОВ А.А., ЗВЕРЬКОВА И.И., ЕМЕЛЬЧЕНКО Г.А. АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ БИОКОРРОЗИОННЫХ ПОРАЖЕНИЙ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ, ПРИМЕНИТЕЛЬНО К УСЛОВИЯМ ЭКСПЛУАТАЦИИ РОССИЙСКОГО СЕГМЕНТА МКС	93
АЛЕХОВА Т.А., НОВОЖИЛОВА Т.Ю., ЗАГУСТИНА Н.А., БАШАРОВ А.А., ПЛОТНИКОВ А.Д.	

Винтовые супердислокации в нитевидных нанокристаллах нитрида галлия	95
Кириленко Д.А., Котляр К.П., Рожавская М.М.	
Микроанализ пленок SMS, полученных магнетронным распылением	96
Баскаков Е.Б., Стрелов В.И., Артемов В.В.	
Длинноволновые осцилляции интенсивности пучка электронов, отраженного от растущей гетероэпитаксиальной пленки, с учетом неупругого поглощения	98
Шкорняков С. М.	
Микроструктура и элементный состав тонких пленок Ru на поверхности серебра, полученных методом атомно-слоевого осаждения	99
Ницев К.Н., Мишкин В.П., Долганов А.В., Лютова Е.Н., Шабаров Д.Е.	
Морфологические особенности наноструктурированного кремния, сформированных при различных условиях анодного травления	101
Наумов А.П., Старков В.В., Князев М.А., Иржак Д.В.	
Особенности роста эпитаксиальных пленок $Ge_3Sb_2Te_6$ для фазовой памяти на подложке Si (111) по данным электронной микроскопии	104
Зайцева Ю.С., Приходько А.С., Боргардт Н.И., ZALLO E., CALARCO R.	
Перекристаллизация In нанопроволок под действием электронного пучка	106
Матюшенко В.И., Карабулин А.В., Степанов М.Е., Николайчик В.И., Ходос И.И.	
Получение субмикронных слоев оксида вольфрама и титана термическим окислением металлических плёнок в атмосфере воздуха	108
Томаев В.В., Сохович Е.В., Мякин С.В., Сычёв М.М., Полищук В.А., Семёнова А.А.	
Исследование методами электронной микроскопии монокристаллов TiS_3 с разным удельным сопротивлением.	110
Трунькин И.Н., Горлова И.Г., Болотина Н.Б., Бондаренко В.И., Чесноков Ю.М., Васильев А.Л.	
Исследование структуры дефектов в области разрушения гранулированного никелевого сплава ЭП741НП.	112
Трунькин И.Н., Артамонов М.А., Овчаров А.В., Васильев А.Л.	
Автоматизированный анализ частиц неметаллических включений в сталях аустенитного класса	114
Шумко А.М., Петров С.Н., Зотов О.Г.	
Микроконусные оксидные покрытия на спеченных порошках Nb	116
Яковлева Н.М., Шульга А.М., Степанова К.В., Кокатев А.Н., Лукиянчук И.В., Курявый В.Г.	
Эволюция структуры и микроструктуры в электроосаждённых плёнках оксида марганца со структурой бирнессита	118
Левин Э.Е., Архарова Н.А., Орехов А.С., Пуголовкин Л.В.	
Низкотемпературное исследование тонких пленок CZTSe	120
Станчик А.В., Чумак В.А., Гременок В.Ф., Шёлковая Т.В., Барайшук С.М.	
СЕКЦИЯ 4. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ. IN-SITU ИССЛЕДОВАНИЯ В РЭМ	122
Люминесценция ионов Eu^{3+} в наноструктурных плёнках нитрида углерода $CN_x:Eu_1O_x$, полученных с помощью DC-магнетрона	123
Шемченко Е.И., Глазунова В.А., Яковец А.А.	
Микроморфология и элементный состав органо - минеральной смеси с цеолитом	125
Мотылева С.М., Зубкова Т.В., Дубровина О.А.	
Методы пробоподготовки материалов сфокусированным ионным пучком для аттестации их структурно-фазового состояния после имитационного облучения ионами в ускорителе с помощью электронной микроскопии	127
Васильева Е.А., Петров С.Н., Михайлов М.С., Марголин Б.З.,	
Эффекты накопления заряда в диэлектриках при исследовании методами сканирующей ионной микроскопии	129
Петров Ю.В., Аникьева А.Э., Григорьев Е.А., Барабан А.П., Выбенко О.Ф.	
Исследование оптических свойств и диффузионной длины в Ga_2O_3 методами РЭМ	131
Якимов Е.Б.	
Визуализация процессов адгезии и пролиферации стромальных и эпителиальных клеток на матриксах различного типа на основе биосовместимых полимеров в СЭМ	132
Пацаев Т.Д., Камышинский Р.А., Васильев А.Л.	
Исследование сверхтонких плёнок цинка и оксида цинка, полученных методом лазерной абляции, с помощью сканирующей электронной микроскопии	133
Леонов Н.Б., Полищук В.А., Томаев В.В., Вартанян Т.А.	

Сканирующая электронная микроскопия взаимодействия шовного материала с биотканями при лазерных воздействиях	135
Байбеков И.М., Мардонов Ж.Н., Бутаев А.Х.	
Синтез нанопленок методами магнетронного распыления.....	137
Грачев В.И., Марголин В.И., Потапов А.А., Тупик В.А.	
Исследования эволюции полос сдвига на поверхности аморфных массивных сплавов на основе Zr после интенсивной пластической деформации.....	139
Дрозденко А.А., Мирончук Б.С., Першина Е.А., Аронин А.С.	
Оценка влияния лазерного и светодиодного излучения на соотношение форм эритроцитов и микроциркуляцию в экспериментальных ранах.....	141
Карташев В.П., Байбеков И.М., Мардонов Ж.Н., Бутаев А.Х.	
Изменение размера алюминиевого выступа при длительном его сканировании в низковольтном РЭМ	143
Ларионов Ю.В., Озерин Ю.В.	
СЕКЦИЯ 5. СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ.....	145
Катионное замещение и формирование фаз с высокой проводимостью в кристаллах-суперпротониках	146
Селезнева Е.В., Макарова И.П., Мальшикина И.А., Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л., Коморников В.А.	
Визуализация областей перемагничивания на поверхности синтетических ферромагнетиков СоFeВ/Та/СоFeВ в поле рассеяния наночастиц Fe/Fe ₃ O ₄	148
Куницына Е.И., Коплак О.В., Аллаяров Р.С., Моргунов Р.Б.	
Механические свойства сегнетоэлектрических кристаллов триглицидсульфата с различными примесями	149
Гайнутдинов Р.В., Лашкова А.К., Толстихина А.Л., Петржиц Е.А., Кашевич И.Ф., Шут В.Н.	
Влияние способа индукции хиральности на формирование рельефа поверхности пленок гребнеобразного ЖК полиакрилата.....	150
Синицына О.В., Бобровский А.Ю., Яминский И.В., Шибаев В.П.	
Микроскопические и спектроскопические исследования УФ-фоточувствительных пленок ZnO после обработки в азотной плазме	152
Муслимов А.Э., Каневский В.М., Гаджиев М.Х., Тюфтяев А.С., Исмаилов А.М.	
Исследование структуры и локальных электрических свойств суперпротонных кристаллов (K,NH ₄) ₃ N(SO ₄) ₂	154
Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л., Селезнева Е.В., Макарова И.П.	
Применение зондовых и плазмохимических нанотехнологий для формирования наноструктур на поверхности GaAs	156
Климин В.С., Резван А.А., Томинов Р.В., Агеев О.А.	
Исследование новых эластомерных композитов с природными наполнителями.....	158
Валиев Х.Х., Корнев Ю.В., Карнет Ю.Н., Семенов Н.А., Юмашев О.Б.	
Исследование микрорельефа поверхности биокompозитов методом сканирующей микроскопии....	160
Годжаев Э.М., Назаров А.М., Салимов В.В.	
Морфологические особенности мембран на основе полиимидов с сульфокислотными группами....	162
Губанова Г.Н., Вылегжанина М.Э., Сапегин Д.А., Кононова С.В.	
Особенности спинодального распада в эпитаксиальных Al MBE слоях InGaAs, выращенных при низких температурах	164
Еременко В.Г., Гонсалес Л., Гонсалес И.	
Электронная и зондовая микроскопия слоевых нанопроволок.....	166
Загорский Д.Л., Долуденко И.М., Черкасов Д.А., Жигалина О.М., Иванов И.Н., Давлектильдиев Н.А., Соколов Д.В., Асваров А.Ш., Хмеленин Д.Н.	
Фрактальная размерность наноразмерных пленок никеля и хрома.....	168
Иванов Д.В., Антонов А.С., Сдобняков Н.Ю., Семенова Е.М., Романовская Е.В., Афанасьев М.С.	
Сегнетоэлектрические характеристики бессвинцовой керамики на основе твердых растворов системы KNbO ₃ -NaNbO ₃	170
Ильина Т.С., Кислюк А.М., Киселев Д.А., Калева Г.М., Политова Е.Д.	
Процесс наноструктурирования пленочных нанокомпозитов и его влияние на поверхностные и оптические свойства	172
Криничная Е.П., Иванова О.П., Завьялов С.А., Журавлева Т.С.	
Применение атомно-силовой микроскопии для диагностики поверхности нанопористых алюмооксидных мембран.....	174
Кокатев А.Н., Васильев С.Г., Яковлева Н.М., Гусейнов Ш.Ф., Степанова К.В.	

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ ПОВЕРХНОСТИ АМОРФНЫХ ЛЕНТ НА ОСНОВЕ Fe и Al.....	176
Мирончук Б.С., Дрозденко А.А., Божко С.И., Аронин А.С.	
МАГНИТНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ НА ПОВЕРХНОСТИ ФЕРРОМАГНЕТИКА	177
Семенова Е.М., Синкевич А.И., Кузнецова Ю.В., Ляхова М.Б., Карпенков А.Ю., Антонов А.С., Сдобняков Н.Ю.	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАБОТЫ ВЫХОДА ЭЛЕКТРОНОВ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОПРОВОЛКАХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОЙ СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	179
Давлеткильдеев Н.А., Соколов Д.В., Черкасов Д.А., Загорский Д.Л.	
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ПОЛИМЕРНЫХ МЕМБРАН	181
Гайнутдинов Р.В., Кравец Л.И., Рогачев А.А., Ярмоленко М.А.	
НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ДОМЕНОВ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛАХ PMN-0.4PT С ПОМОЩЬЮ ЗОНДА АСМ.....	183
Боднарчук Я.В., Волк Т.Р., Гайнутдинов Р.В.	
СЕКЦИЯ 7. ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ ЛИТОГРАФИЯ. МИКРОСКОПИЯ В СОВРЕМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ.....	185
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА SiO ₂ /Si СТРУКТУР И РОСТ ГРАФЕНОПОДОБНЫХ ПЛЕНОК	186
Князев М.А., Седловец Д.М., Солтанович О.А., Ковешников С.В.	
FERROELECTRIC DOMAIN PATTERNING BY ION BEAM IN NON-POLAR CUT LITHIUM NIOBATE	188
Pashnina E.A., Shezganov D.S., Vlasov E.O., Turygin A.P., Nurayeva A.S., Shur V.Ya.	
УПРАВЛЕНИЕ ЗАРЯДОМ В ЯЧЕЙКЕ РЕЗИСТИВНОЙ ПАМЯТИ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧНЫМИ ЭЛЕКТРОНАМИ	190
Федотов М.И., Князев М.А., Ковешников С.В.	
СТРУКТУРИРОВАНИЕ АЛЮМИНИЯ С ПОМОЩЬЮ ФОКУСИРОВАННОГО ИОННОГО ПУЧКА ДЛЯ ПОСЛЕДУЮЩЕГО ФОРМИРОВАНИЯ БЕЗДЕФКТНЫХ ПОРИСТЫХ ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК НА ЕГО ПОВЕРХНОСТИ.....	192
Росляков И.В., Кушнир С.Е., Саполетова Н.А., Напольский К.С.	
СРАВНЕНИЕ КРИТЕРИЕВ РАЗУПОРЯДОЧЕНИЯ АТОМОВ КРЕМНИЯ ПРИ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКЕ	194
Румянцев А.В., Приходько А.С., Боргардт Н.И.	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭНЕРГИИ СВЯЗИ ПРИ МОДЕЛИРОВАНИИ РАСПЫЛЕНИЯ КАРБИДА КРЕМНИЯ ИОНАМИ ГАЛЛИЯ МЕТОДОМ МОНТЕ-КАРЛО	196
Подорожний О.В., Румянцев А.В., Боргардт Н.И.	
СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ДОМЕНЫ В LiNbO ₃ , ФОРМИРУЮЩИЕСЯ В ЗОНЕ ПРОСТРАНСТВЕННОГО ЗАРЯДА ПРИ ЭЛЕКТРОННЫХ ОБЛУЧЕНИЯХ ПОЛЯРНОГО Z СРЕЗА.....	198
Коханчик Л.С., Емелин Е.В., Сироткин В.В., Свинцов А.А.	
СЕКЦИЯ 8. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ХИМИИ, ГЕОЛОГИИ И ИЗУЧЕНИИ ПРЕДМЕТОВ ИСКУССТВА.....	200
МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ТИПЫ АГРЕГАТОВ В СТРУКТУРЕ СИНТЕТИЧЕСКОГО МАЛАХИТА	201
Бубликова Т.М., Сеткова Т.В., Балицкий В.С., Некрасов А.Н.	
ИЗУЧЕНИЕ БИОГИБРИДНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МИКРООРГАНИЗМОВ, КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ И БИОПОЛИМЕРОВ МЕТОДАМИ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	203
Камышинский Р.А., Комова А.В., Мельникова А.А., Руденко А.П., Намсараев З.Б.	
СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ИСКУССТВЕННЫХ АНАЛОГОВ ИМПАКТНЫХ РАСПЛАВОВ ПО ДАННЫМ СЭМ	205
Сергиенко Е.С., Янсон С.Ю., Левицкий И.А., Папко Л.Ф., Овчинникова Н.С., Харитонский П.В., Карпинский В.В.	
ПРИМЕНЕНИЕ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ В ИЗУЧЕНИИ РУД МЕСТОРОЖДЕНИЯ АЙНСКОЕ (О. УРУП)	207
Кудаева Ш.С., Плутахина Е.Ю.	
ПРИЧИНА ГОЛУБОЙ ОКРАСКИ ИМПАКТНЫХ СТЕКОЛ КРАТЕРА ЖАМАНШИН	209
Горностаева Т.А., Мохов А.В., Рыбчук А.П.	
ВЫЯВЛЕНИЕ ПРИЗНАКОВ ОБЖИГА ПИГМЕНТОВ ИЗ КУЛЬТУРНОГО СЛОЯ ЗАЛА ЗНАКОВ КАПОВОЙ ПЕЩЕРЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	211
Пахунов А.С., Овчаров А.В., Светогоров Р.Д., Шушунов М.Н., Сенин Р.А.	
ЦВЕТОВАЯ ПАЛИТРА ЗАЛА ХАОСА КАПОВОЙ ПЕЩЕРЫ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПИГМЕНТОВ	213
Пахунов А.С., Варламов Д.А., Ксенофонтов Д.А.	

Способ коррекции ЭДС-анализа силикатной тонкой плёнки на массивной подложке в СЭМ	215
Мохов А.В., Горностаева Т.А., Рыбчук А.П.	
Моносulfид ртути на Луне.....	217
Рыбчук А.П., Мохов А.В., Горностаева Т.А., Карташов П.М.	
РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ И ДРУГИЕ КОМПЛЕМЕНТАРНЫЕ МЕТОДЫ В КОМПЛЕКСНОМ ИЗУЧЕНИИ ЧЕРНИЛЬНЫХ НОВГОРОДСКИХ БЕРЕСТЯНЫХ ГРАМОТ XIV-XV ВЕКОВ	219
Созонтов Е.А., Преснякова Н.Н., Пахунов А.С., Грешников Э.А., Малахов С.Н., Гайдуков П.Г.	
ИЗУЧЕНИЕ СТРОЕНИЯ ПРИРОДНЫХ ГЛИНИСТЫХ ОБРАЗОВАНИЙ	221
Соколов В.Н., Чернов М.С., Разгулина О.В., Юрковец Д.И., Кузнецов Р.А.	
ОСОБЕННОСТИ КАЛИБРОВКИ МОДЕЛИ МОНТЕ-КАРЛО В ПРИБЛИЖЕНИИ НЕПРЕРЫВНОГО ЗАМЕДЛЕНИЯ ДЛЯ РАСЧЁТА ТРАЕКТОРИЙ ЭЛЕКТРОНОВ	223
Татаринов В.В., Макшаков А.С.	
ИЗУЧЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРНОЙ СМАЧИВАЕМОСТИ КАРБОНАТНЫХ ПОРОД В РЭМ	225
Кузьмин В.А.	
ВРЭМ ИССЛЕДОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ МИКРОСТРУКТУР КАРБОНАТНЫХ ПОРОД.....	227
Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А.	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРИЕНТАЦИИ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА В ПОРОДАХ ПО РЭМ -ИЗОБРАЖЕНИЯМ.	229
Кузьмин В.А.	
ОСОБЕННОСТИ НЕФТЕНАСЫЩЕНИЯ ПОРОВОГО ПРОСТРАНСТВА КАРБОНАТНЫХ ПОРОД	231
Кузьмин В.А.	
МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОЛЛЕКТОРОВ НЕФТИ И ГАЗА ПРИ МОДЕЛИРОВАНИИ ФИЛЬТРАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ	233
Кузьмин В.А.	
МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКТИТОВ С ОСТРОВА БЕЛИТУНГ (ИНДОНЕЗИЯ)	235
Михуткин А.А.	
АУТИГЕННЫЙ МИНЕРАЛОГЕНЕЗ – ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	237
Козакова О.В., Закирьянов И.Г., Астаркин С.В., Решетников М.В.	
НЕОБЫЧНОЕ СТРОЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ МОЛИБДЕНИТА ПО ДАННЫМ ТЕМ МИКРОСКОПИИ.....	239
Трубкин Н.В., Сивцов А.В.	
СЕКЦИЯ 9. КОМПЛЕМЕНТАРНЫЕ (СИНХРОТРОННО-НЕЙТРОННЫЕ И ДР.) МЕТОДЫ	241
РАЗРАБОТКА ТЕСТ СИСТЕМЫ ИНГИБИТОРОВ НА ОСНОВЕ МОНОНУКЛЕОСОМНЫХ НАНОЧАСТИЦ	242
Кошкина Д.О., Малюченко Н.В., Лыс А.А., Студитский В.М., Феофанов А.В.	
ИЗУЧЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КЛАСТЕРОВ В ГЕТЕРОСИСТЕМЕ GaAs/In(As,Bi) КОМПЛЕКСОМ РЕНТГЕНОВСКИХ И ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ.....	244
Лихачев И.А., Трунькин И.Н., Казаков И.П., Лев Л.Л.	
О ФИЗИЧЕСКИХ ЗАКОНОМЕРНОСТЯХ САМОСБОРКИ УНИКАЛЬНОЙ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ СТРУКТУРЫ ЛИНЕЙНЫХ БИОПОЛИМЕРОВ (БЕЛКОВ)	246
Шайтан К.В.	
ПРИМЕНЕНИЕ МАЛОУГЛОВОГО РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ В БИОМЕДИЦИНСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ГИБРИДНЫХ НАНОБИОСТРУКТУР ТИПА «ЯДРО-ОБОЛОЧКА»	248
Шестопалова М.С., Васкан И.С., Залыгин А.В., Штыкова Э.В., Корчагина Е.Ю., Бовин Н.В., Олейников В.А.	
КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ И ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ В АЗОТНОЙ ПЛАЗМЕ В ОТКРЫТОЙ АТМОСФЕРЕ	250
Муслимов А.Э., Каневский В.М., Гаджиев М.Х.	
АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ.....	252

Организационный комитет

Председатель конференции **Ковальчук М.В.**, НИЦ «Курчатовский институт»

Каневский В.М. – зам. председателя оргкомитета, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Рощупкин Д.В. – зам. председателя оргкомитета, ИПТМ РАН

Гусарова Н.Н. – секретарь, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Кумсков А.С. – учёный секретарь, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Члены Оргкомитета:

Авилов А.С. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Благов А.Е. (НИЦ КИ)

Васильев А.Л. (НИЦ «КИ») – организатор школы для молодых специалистов

Дьякова Ю.А. (НИЦ «КИ»)

Казьмирук Л. А. (ИПТМ РАН)

Казьмирук В.В. (ИПТМ РАН)

Кашкаров П.К. (НИЦ «КИ»)

Латышев А.В. (ИФП СО РАН)

Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)

Осипов Н.А. (ИПТМ РАН)

Саранин А.А. (ИАПУ ДВО РАН)

Толстихина А.Л. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Форш П.А. (НИЦ КИ)

Якимов Е.Б. (ИПТМ РАН)

Программный комитет

Авилов А.С. – председатель (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Васильев А.Л. – зам. председателя (НИЦ «КИ»)

Якимов Е.Б. – зам. председателя (ИПТМ РАН)

Аронин А.С. (ИФТТ РАН)

Артемов В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Боргардт Н.И. (МИЭТ, Зеленоград)

Жигалина О.М. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Ищенко А.А. (МИТХТ)

Клечковская В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Марченков Н.В. (НИЦ КИ)

Мохов А.В. (ИГЕМ РАН)

Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)

Пашаев Э.М. (НИЦ «КИ»)

Попенко В.И. (ИМБ РАН)

Рау Э.И. (физфак, МГУ)

Соколова О.С. (биофак, МГУ)

Толстихина А.Л. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Программа Конференции – РКЭМ-2020**7 сентября (понедельник)****9.00 Открытие Конференции – РКЭМ-2020**9.00-09.20 **Ковальчук М.В.** Открытие конференции09.20-09.30 **Каневский В.М., Рощупкин Д.В.** Приветственное слово***Приглашённые доклады***9.30-10.10 **Ищенко А.А.:** Структурная динамика свободных молекул и конденсированного вещества10.10-10.40 **Гутаковский А.К., Латышев А.В.:** Применение аналитической высокоразрешающей электронной микроскопии для анализа атомного строения и механизмов формирования нанокристаллов в полупроводниковых гетеросистемах10.40-11.10 **Бондаренко В.И., Васильев А.Л.:** Количественный анализ изображений точечных дефектов в ПРЭМ11.10-11.40 **Боргардт Н.И., Румянцев А.В., Приходько А.С.:** Количественная характеристика атомарной структуры ионно-имплантированного кремния методами электронной микроскопии и молекулярно-динамического моделирования»11.40-12.10 *Кофе-брейк****Приглашённый доклад***12.10-12.40 **Федина Л.И.:** О структуре и распределении деформаций в ядре скользящей 60° дислокации перетасованного набора**Новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа. Новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений**12.40-13.00 **Татарский Д.А., Петров Ю.В., Гусев Н.С., Чувилин А.Л., Гусев С.А.:** Лоренцева просвечивающая электронная микроскопия киральных текстур в многослойных плёнках Co/Pt13.00-13.20 **Зайцев С.В., Караулов В.Ю., Рау Э.И.:** Усовершенствованный метод визуализации 3Dтопографии микроструктур в сканирующей электронной микроскопии (Доклад утверждается)

13.20-13.40 **Чуховский Ф.Н., Конарев П.В., Бондаренко В.И.:** Электронная дифракционная микро-томография. Современное состояние и перспективы развития

13.40-15.00 Обед

15.00-15.20 **Кулыгин А.К., Авилов А.С.:** Прецизионные измерения в электронной дифрактометрии

15.20-15.40 **Казьмирук В.В., Курганов И.Г., Савицкая Т.Н., Бородин А.В.:** Прототип растрового электронного микроскопа МС30: первые результаты

Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

15.40-16.00 **Овчаров А.В., Суворова Е.И., Каратеев И.А, Дегтяренко П.Н., Чепиков В.Н., Кауль А.Р., Васильев А.Л.:** Микроструктурный анализ сверхпроводящих лент второго поколения на основе (RE)BCO с искусственными центрами пиннинга различной природы

16.00-16.20 **Приходько А.С, Боргардт Н.И., M. Neilmann, J-M. J. Lopes.:** Атомарная структура эпитаксиальных слоев гексагонального нитрида бора на однослойном и двухслойном графене на SiC подложке

16.20-16.35 **Суфиянова А.Э., Жигалина О.М., Басу В.Г., Пономарев И.И., Скупов К.М., Пономарев И.И., Разоренов Д.Ю.:** Влияние термической обработки на морфологию Pt/УНВ

16.35-17.00 Кофе-брейк

17.00-17.20 **Трунькин И.Н., Горлова И.Г., Болотина Н.Б., Бондаренко В.И., Чесноков Ю.М., Васильев А.Л.:** Исследование методами электронной микроскопии монокристаллов TiS_3 с разным удельным сопротивлением

17.20-17.40 **Модин Е.Б.:** Трехмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов

17.40-19.00 Сообщение представителей фирм: **Thermo Fisher Scientific, Zeiss, Tokio Voeki, Melytec**

10.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

Секция 3. Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

8 сентября (вторник)***Приглашённые доклады***

09.00-9.30 **Лукина Е.А., Гуляев А.И., Журавлева П.Л.:** Применение методов высокоразрешающей электронной микроскопии, рентгеновской рефлектометрии и наноиндентирования для исследования покрытий и граничных слоев

9.30-10.00 **Якимов Е.Е., Якимов Е.Б.:** Исследование процессов расширения и сжатия дефектов упаковки, введенных в 4H-SiC при облучении электронным пучком

10.00-10.30 **Иванова А.Г., Троян И.А., Гаврилюк А.Г.:** Синтез и структурное исследование сверхпроводящих полигидридов металлов при высоких давлениях

Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

10.30-10.45 **Суворова Е.И., Уваров О.В., Архарова Н.А., Скуратов В.А.:** Структура и свойства тонкого слоя HfO_2 -La в композите $\text{TiN}/\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ после облучения ионами Xe по данным ПЭМ, электронной дифракции и спектроскопии энергетических потерь электронов

10.45-11.00 **Орехов А.С., Архарова Н.А., Клечковская В.В.:** Особенности микроструктуры гидрогеля поли-*n*-винилпирролидон – $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

11.00-11.30 Кофе-брейк

11.30-11.50 **Асеев С.А., Ищенко А.А., Компанец В.О., Кочкиков И.В., Малиновский А.Л., Миронов Б.Н., Пойдашев Д.Г., Чекалин С.В., Рябов Е.А.:** Исследование процессов, индуцированных фемтосекундным лазерным излучением, методами сверхбыстрой электронной дифракции

11.50-12.10 **Садовская Н.В., Авилов А.С., Хатипов Р.С., Хатипов С.А.:** Особенности структурообразования в композитах ПТФЭ при различных дозах облучения гамма-квантами

12.10-12.30 **Рогожкин С.В., Искандаров Н.А., Никитин А.А., Хомич А.А. и др.:** Сегрегация легирующих элементов на дислокации малоугловой границы в ферритно-мартенситных сталях при ионном облучениях

12.30-12.45 **Рогожкин С.В., Богачев А.А., Никитин А.А., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю., Tomut M., Trautmann Ch.:** Влияние облучения тяжелыми ионами на оксидные включения в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti

12.45-13.05 **Жигалина О.М., Хмеленин Д.Н., Атанова А.В., Свиридов А.П., Цветков М.Ю.:** Электронная микроскопия наноструктур, полученных в процессе термоплазмонного лазерно-индуцированного травления сапфира

13.05-13.20 **Долуденко И.М., Ерохина Н.С., Загорский Д.Л., Жигалина О.М., Муслимов А.Э., Бедин С.А.:** Микроскопия и элементный анализ в изучении нанопроволок из двойных сплавов

13.20-15.00 Обед

15.00-15.15 **Капланский Ю.Ю., Левашов Е.А., Коротичский А.В., Логинов П.А.:** ПЭМ исследования дислокационной субструктуры дисперсионно- твердеющего сплава на основе V_2-NiAl после деформации ползучести

15.15-15.30 **Гнесин И.Б., Гнесин Б.А., Карпов М.И., Некрасов А.Н., Прохоров Д.В., Внуков В.И., Строганова Т.С.:** Особенности химического состава фаз в жаропрочных сплавах системы Nb-Mo-C

15.30-15.45 **Базуева П.А., Маркевич И.А., Сиротина Д.Ю.:** Исследование порошков платины, полученных методом гидрометаллургического восстановления

15.45-16.00 **Рыбин В.В., Петров С.Н., Золоторевский Н.Ю. и др.:** Применение метода EBSD-анализа для аттестации структур в материаловедении

Электронная микроскопия в химии, геологии и изучении предметов искусства

16.00-16.15 **Созонтов Е.А., Преснякова Н.Н., Пахунов А.С., Грешников Э.А., Малахов С.Н., Гайдуков П.Г.:** Растровая электронная микроскопия и другие комплементарные методы в комплексном изучении чернильных новгородских берестяных грамот XIV-XV веков

16.15-16.30 **Чугунова К.С., Григорьева И.А., Лукашова М.В.:** Комплексный подход к исследованию бисера из навеса Мешоко

16.30-16.45 **Зобенько О.А., Лукашева М.В., Округин В.М., Заикина А.В., Философова Т.М.:** Автоматический поиск и анализ частиц AZTEC FEATURE при изучении редкометальной минерализации золото-серебряных руд

16.45-17.10 Кофе-брейк

Электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях

17.10-17.30 **Шабельникова Я.Л., Зайцев С.И.:** Дефектообразование в подложке при экспонировании резиста ионами галлия

17.30-17.50 **Казьмирук В.В., Курганов И.Г., Подкопаев А.А., Савицкая Т.Н.:** Оптимизация электронно-оптической системы электронного литографа для экспонирования шаблонов

18.00-19.00 Сообщение представителей фирм Ziess, Tescan и Oxford Instr.

10.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

Секция 1. Новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа. Новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений.

Секция 4. Растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ.

Секция 5. Сканирующая зондовая микроскопия

Секция 6. Исследование сверхбыстрых процессов, фемтосекундная микроскопия, динамическая электронная кристаллография

Секция 7. Электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях

Секция 8. Электронная микроскопия в химии, геологии и изучении предметов искусства

Секция 9. Комплементарные (синхротронно-нейтронные и др.) методы

9 сентября (среда)

Приглашённые доклады

9.00-9.30 **Миронов В.Л.:** Магнитно-резонансная силовая микроскопия ферромагнитных тонкопленочных наноструктур

Сканирующая зондовая микроскопия

9.30-9.50 **Коплак О.В.:** Магнито-силовая микроскопия от магнитомеченных клеток до спеченных магнитов и элементов спинтроники

9.50-10.10 **Маханек А.А., Мельникова Г.Б., Петровская А.С., Чижик С.А.:** Определение механических свойств многослойных материалов методом атомно-силовой спектроскопии

10.10-10.30 **Макарова И.П., Селезнева Е.В., Коморников В.А., Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л., Васильев А.Л., Малышкина И.А.:** Кристаллы-суперпротоны: влияние изменений водородных связей на свойства

10.30 -10.50 **Окунев А.Г., Машуков М.Ю., Нартова А.В., Матвеев А.В.:** Автоматическое распознавание наночастиц на изображениях сканирующей зондовой микроскопии с использованием компьютерного зрения и глубокого машинного обучения

10.50-11.15 Кофе-брейк

Растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ

11.15-11.30 **Якимов Е.Б.:** Исследование оптических свойств и диффузионной длины в Ga₂O₃ методами РЭМ

12.00-12.15 **Озерова К.Е., Рау Э.И., Татаринцев А.А.:** Новый сценарий кинетики зарядки диэлектриков и сегнетоэлектриков при электронном и ионном облучении

12.30-12.45 **Вергелес П.С., Якимов Е.Б., Поляков А.Я.:** Исследование методом катодolumинесценции V-дефектов в GaN

12.45-13.00 **Савинова Ю.А., Румянцев Д.В., Мишина О.Ю., Банникова С.А., Сомов П.А.:** Исследование вещественного состава и морфологии тонкодисперсных металлургических пылей методами сканирующей электронно-ионной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа

Применения электронной микроскопии и комплементарных методов

13.00-13.20 **Пруцков Г.В., Чесноков Ю.М., Пашаев Э.М., Субботин И.А., Васильев А.Л.:** Разномасштабная структурная диагностика многослойных гетероструктур

13.20-13.35 **Шайтан К.В., Ложников М.А., Новоселецкий В.Н., Армеев Г.А., Кудрявцев А.В., Кобельков Г.М., Шайтан А.К., Кирпичников М.П.:** Численные эксперименты с использованием алгоритмов нейронных сетей по определению относительных конфигураций альфа-спиралей в белковых структурах по данным дифракции рентгеновского лазерного излучения на единичных частицах

13.35-14.45 Обед

14.45-19.45 Круглый стол, обсуждение перспектив и новые методы электронной микроскопии (Крио-ЭМ, птихография и др.)

15.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

Секция 2. Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине

10 сентября (четверг)**Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине**

9.00-9.20 **Шеваль Е.В.:** Памяти Юрия Сергеевича Ченцова

9.20-9.40 **Пичкур Е.Б., Полесскова Е.В., Касацкий П.С., Остерман И.А., Поликанов Ю.С., Мясников А.Г., Коневега А.Л.:** Крио-ЭМ структура 70S рибосомы из *E. coli* в комплексе с диритромицином

9.40-10.00 **Камышинский Р.А., Чесноков Ю.М., Дадинова Л.А., Можаяев А.А., Петухов М.В., Орехов А.С., Штыкова Э.В., Васильев А.Л.:** Определение структуры комплекса Dps-ДНК методами криоэлектронной томографии

10.00-10.20 **Sorokin I.I., Afonina Zh.A., Strelkova O.S., Zakharova E.V., Kireev I.I., Shirokov V.A.:** Comparative analysis of polyribosomes by electron microscopy and single molecule localization microscopy

10.20-10.40 **Golubev A. , Fatkhullin B. , Khusainov I. , Jenner L. , Gabdulkhakov , Validov Sh. , Yusupova G. , Yusupov M. , Usachev K.:** Cryo-EM structure of the 70 initiation complex from *S. aureus*

10.40-11.00 **Клинов Д.В., Дубровин Е.В., Баринов Н.А.:** Атомно-силовая микроскопия одиночных молекул биополимеров сверхвысокого разрешения

11.00-11.15 **Сузина Н.Е., Мачулин А.В., Поливцева В.Н., Шорохова А.П., Соболева О.И., Абашина Т.Н., Дуда В.И.:** Поверхностные ультраструктуры бактерий-хищников: особенности надмолекулярной организации и механизмы действия

11.15-11.30 **Краевский С.В., Баринов Н. А., Морозова О.В., Палюлин В.В., Кремлева О.В., Клинов Д.В.:** Исследование особенностей взаимодействия частиц монтмориллонита с ДНК методом атомно-силовой микроскопии

11.30-11.40 **Арсенюк А.Ю.:** Исследования морфологии популяций микроорганизмов методом сканирующей электронной микроскопии

11.40-11.50 **Бакеева Л.Е., Вайс В.Б., Вангели И.М., Эльдаров Ч.М.:** Прогрессирующая с возрастом реорганизация митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа (*Heterocephalus glaber*), выявленная с помощью электронной микроскопии: возможная роль в сохранении работоспособности мышц

11.50-12.00 **Шатров А.Б., Солдатенко Е.В.:** Личинки: *Limnochares aquatica* (L., 1758) (Acariformes, Limnocharidae) и особенности их паразитизма с позиций электронной микроскопии

12.00-12.10 **Ивлев Ю.Ф., Осипов Н.Н., Трофимов О.В., Ильин А.И.:** Об электризации адгезионных щетинок геккона-токи в РЭМ и ее причинах

12.10-12.20 **Попенко В.И., Караджян Б.П., Иванова Ю.Л., Леонова О.Г.:** Структурная организация хроматина и ядрышкового домена в соматических ядрах инфузорий

12.20-12.30 **Михуткин А.А., Камышинский Р.А., Тенчури Т.Х., Григорьев Т.Е., Чвалун С.Н., Васильев А.Л.:** Трёхмерный анализ ПЛЛА-матриц для тканевой инженерии

12.30-13.00 Кофе-брейк

13.00 Закрытие конференции.

13.00-13.15 **Авилов А.С.** Завершающее слово. Подведение итогов.

Секция 3.
**Электронная микроскопия, электронная дифракция и
микроанализ в исследовании новых материалов**

Структурные особенности композиций PZT–LNO–Si

Атанова А.В.¹, Жигалина О.М.^{1,2}, Хмеленин Д.Н.¹, Серегин Д.С.³, Воротилов К.А.³,
Котова Н.М.³

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

² Московский Государственный Технический Университет им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

³ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
"МИРЭА - Российский технологический университет", г. Москва, Россия
e-mail: atanova.a@crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.71.67.069

Тонкие пленки цирконата-титаната свинца ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$, PZT) представляют особый интерес для создания элементов энергонезависимой памяти ввиду их низкого рабочего напряжения и высокой скорости переключения [1]. Простейшая структура ячейки памяти состоит из двух тонких проводящих слоев (электродов), между которыми находится слой PZT. Как правило, в качестве материала электродов используют платину, однако, плохая адгезия к кремниевой подложке, высокая стоимость материала и недостаточно высокие усталостные свойства композиций требуют создания новых материалов для электродов. Особо привлекательным материалом является проводящий оксид LaNiO_3 (LNO) со структурой перовскита с близким параметром решетки к PZT (3,84 Å – LNO; 4,04 Å – PZT) [2]. Кроме того, существует возможность получения LNO методом химического осаждения из растворов, то есть в рамках одного технологического процесса с PZT.

В связи с вышеописанным, целью данной работы было исследование особенностей строения слоев композиций PZT–LNO–Si, полученных методом химического осаждения из растворов, предназначенного для релаксации напряжений, а также анализ эволюции структуры LNO в процессе кристаллизации.

Образцы для ПЭМ-исследований изготавливали с помощью фокусированного ионного пучка в сканирующем электронно-ионном микроскопе FEI Scios. Исследования методами ПЭМ, просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ), электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ), электронной дифракции и энергодисперсионного анализа проводили на микроскопе FEI Osiris при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Показано, что слой цирконата-титаната свинца в композициях кристаллизуется гетерогенно от подложки с образованием столбчатой перовскитной фазы, однако ширина столбчатых зерен в 2-4 раза меньше сформированных на платиновом электроде. Причиной измельчения зерен PZT

послужила мелкокристаллическая, неориентированная структура LNO с ярко выраженной слоистостью, обусловленной послойным методом нанесения пленкообразующего раствора. Слоистость и пористость структуры LNO проявляются уже при $T = 550$ °С, хотя при данной температуре ещё наблюдается значительное количество аморфной фазы. Дальнейшее увеличение температуры приводит к укрупнению среднего размера зерен от единиц нанометров при $T = 550$ °С до 30 нм при $T = 800$ °С, слиянию пор и образованию трещиноподобных дефектов. Слой LNO кристаллизуется с образованием многофазной системы, на границах технологических слоёв локализованы фазы Ni_3O_4 ($C2/m$) и La_2O_3 ($C2/m$), а в их толще - $LaNiO_3$ ($Pm\bar{3}m$) и $La_2Ni_2O_5$ ($C2/m$), при этом заметен рост кристаллитов всех фаз при повышении температуры от 550 до 800 °С.

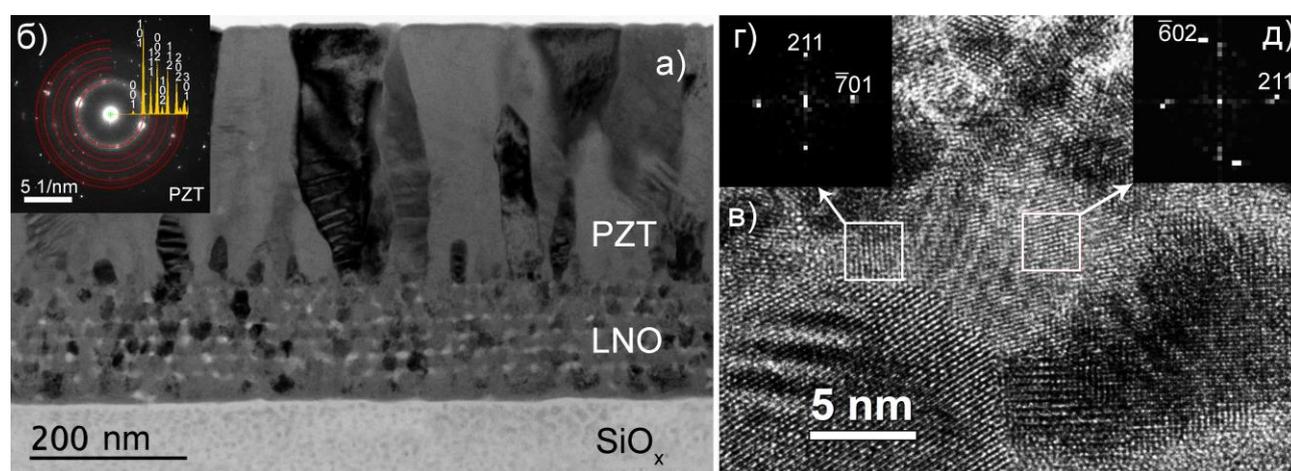


Рис.1. “Структура композиции PZT–LNO–Si: а – светлопольное ПЭМ-изображение композиции, б – электронограмма от слоя PZT, в – ВРЭМ-изображение нанокристаллов в слое LNO, г, д – Фурье-дифрактограммы от фазы Ni_3O_4 ”

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части структурных исследований и гранта РФФИ 19-29-03058 в части синтеза образцов. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН при поддержке Минобрнауки.

[1] Seregin D. S., Baziruvikha A.-M., Kotova N. M. et al., *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, **V. 82**, № 3, P. 341–345 (2018).

[2] Zhao Q., Tan P., He G., Di J. et al., *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, **V. 78**, № 2, P. 258 (2016).

Новое конденсированное состояние, выявляемое ПЭМ: транслотационные микрокристаллы, наноструктуры с кристаллизующимися аморфными плёнками

Колосов В. Ю.

Уральский федеральный университет, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина 51
e-mail: kolosov@urfu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.57.21.025

Последние 30 лет наблюдается возрастающий интерес к получению и исследованиям необычных для физики конденсированного состояния микроструктур: квазикристаллов, фуллеренов, нанотрубок (и их модификаций), а также новых наноструктур. В данной работе аккумулируются ПЭМ исследования по формированию и строению на нано-, мезо- и микроуровне других, менее известных, необычных транслотационных [1] микрокристаллов, наноструктур, выявленных первоначально для Se, Te [2], а впоследствии - для широкого спектра тонких пленок и слоёв, в т.ч. и другими авторами, начиная с работ [3-4]. Это полупроводники, сегнетоэлектрики, окислы, металлы и сплавы, приготовленные различными методами (вакуумное термическое, электронно-лучевое, лазерное и ионно-плазменное напыление, пиролиз, диффузия в твёрдой фазе, соль-гель технология, анодное окисление). Основные данные получены методами дифракционной просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), рис. 1 (метод изгибных контуров [5], микродифракция, исследования *"in situ"* – рис.2, ВРЭМ, с привлечением в ряде случаев EDX, EELS, CBED), а также атомно-силовой микроскопии [6].

Как показано ПЭМ рост кристаллов в тонких (10-100 нм) аморфных плёнках, слоях может сопровождаться сильным (до 200-300° на 1 мкм) внутренним искривлением (вокруг осей, лежащих в плоскости плёнки) кристаллической решетки недислокационной природы, рис. 1. Для обозначения кристаллов необычной дефектности, фактически нового типа конденсированного состояния в тонкой пленке, введен термин транслотационные кристаллы [1], т. к. застройка атомной решетки схематично соответствует трансляции элементарной ячейки, сопровождаемой небольшим постоянным вращением (до 0,1° на ячейку), рис. 1d. Геометрия и градиент ориентировки решетки зависят от кристаллографии зародыша, скорости роста, толщины плёнки и состава. Предложенный гипотетический механизм необычного явления основан на поверхностной нуклеации (рис. 1d), а атомистическая модель - на математическом аппарате конформных отображений.

Предложена новая "микрокристаллическая" модель аморфного состояния, с внутренне искривлёнными "транслотационными" кристаллитами, рис. 1 е.

Список литературы:

- [1] V. Kolosov and A. Tholen, *Acta Materialia*, **48**, 1829 (2000).
- [2] I. E. Bolotov, V. Yu. Kolosov, A.V. Kozhyn, *Phys. stat. sol.*, **72a**, 645 (1982)
- [3] B. J. Kooi and J. T. M. De Hosson, *J. App. Phys.* **95**, 4714 (2004).
- [4] E. Rimini et al, *J. App. Phys.* **105**, 123502 (2009).
- [5] I. E. Bolotov and V. Yu. Kolosov, *Phys. stat. sol.*, **69a**, 85 (1982).
- [6] V. Yu. Kolosov C. L Schwamm, R. V. Gainutdinov, A. L. Tolstikhina., *J. Phys. Conf. ser.*, **100**, 082037 (2008)

Работа поддержана грантом РФФИ ([20-02-00906](#)), проектом FEUZ-2020-0051

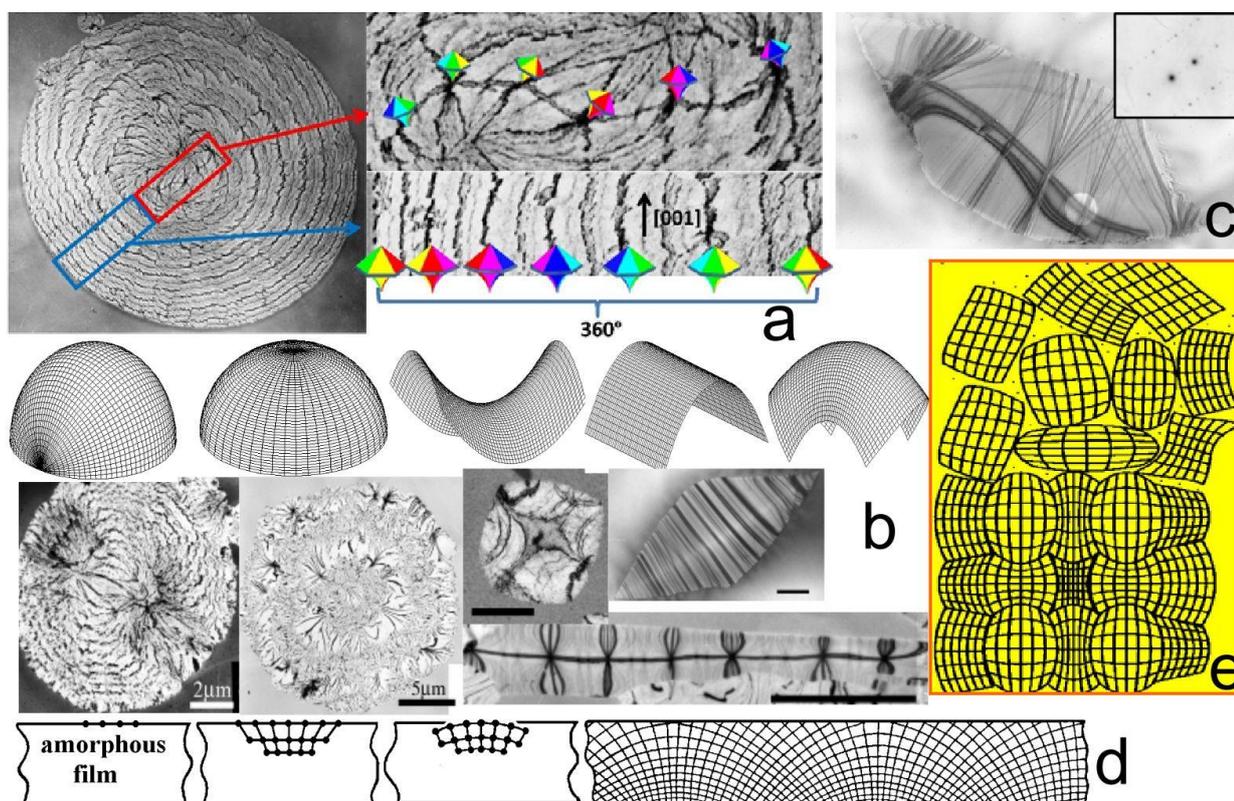


Рис.1. ПЭМ кристаллов: **a** и **b** (снизу) и схемы кривизны решётки в них: **a** – показаны вращением цветных шестигранников, **b** (в верхнем ряду) - геометрия искривления кристаллографических плоскостей, **d** - в предложенной модели роста (в сечении плёнки), **e** - в модели аморфной плёнки.

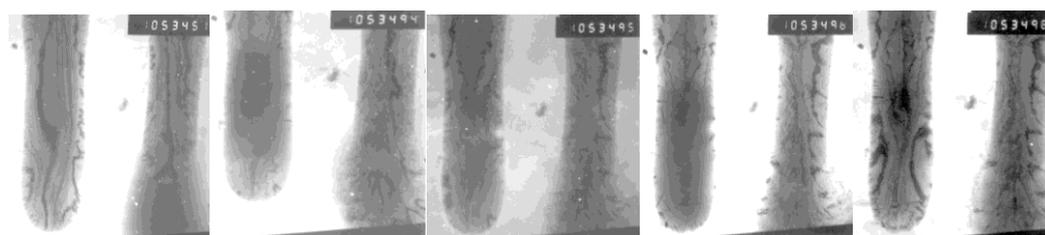


Рис. 2. Некоторые из снимков в ПЭМ многократных переходов транскристаллинное кристалл-аморфное состояние (нагляднее см. левый «палец»).

Особенности микроструктуры аморфных металлических сплавов типа Fe-Cu-Nb-Si-B с различным содержанием Si-B

Ансович А.В., Крайнова Г.С., Плотников В.С., Ткачев В.В., Федорец А.Н., Фролов А.М.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
“Дальневосточный федеральный университет”, г. Владивосток
e-mail: tkachev.vv@dvfu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.49.28.037

Аморфные материалы с некристаллической структурой предоставили широчайшие возможности разработки оптимальных комбинаций компонентов и условий получения для конкретных характеристик. Как известно, часть физических свойств твердых тел является структурно-чувствительными, что справедливо и для аморфных материалов.

В данном исследовании на примере сплавов типа Fe-Cu-Nb-Si-B с различным содержанием Si-B (от 19% до 26%). С помощью растровой электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа показаны отличия структуры, как на микро-, так и нано-уровне.

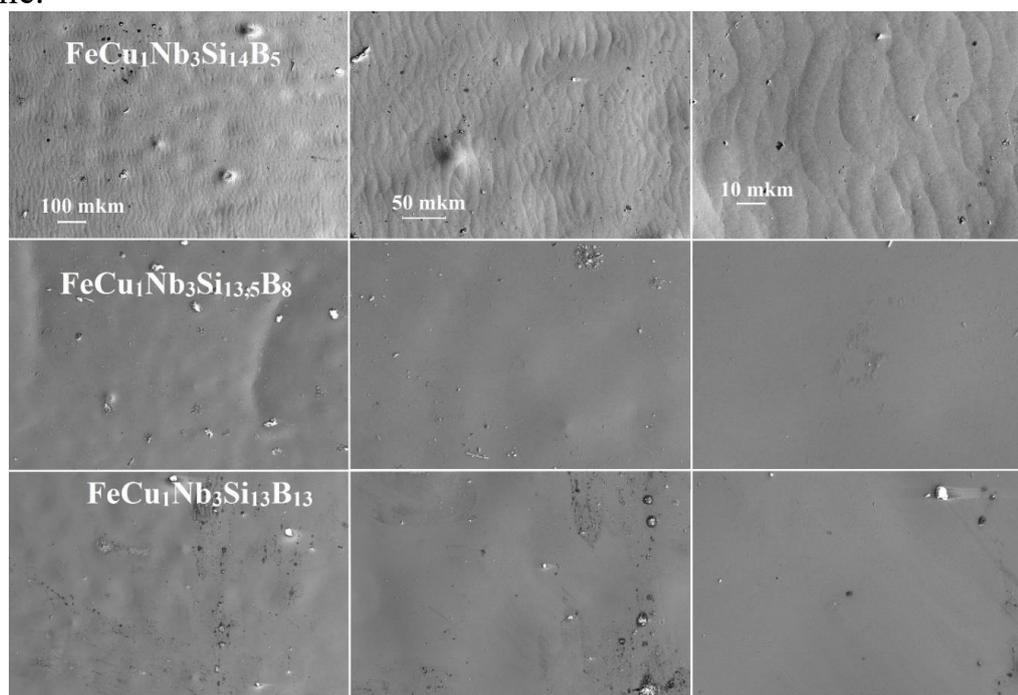


Рис. 1. “Растровые электронно-микроскопические изображения свободной поверхности аморфных сплавов с различным содержанием Si-B”

Работа выполнена при финансовой поддержке государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ № 0657-2020-0005 от 17.03.2020.

Исследование поперечного среза гетероструктур Ge/Si/SiO₂/Si(100)

Сушков А.А.¹, Павлов Д.А.¹, Шенгуров В.Г.¹, Денисов С.А.¹,
Чалков В.Ю.¹, Минеев М.Н.², Гагарин А.Г.²

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского

² ООО Межведомственный Центр твердотельной микроэлектроники
e-mail: sushkovartem@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.71.56.038

Сформированы и исследованы буферные слои Ge/Si на подложках Si/SiO₂/Si (100) (КНИ) при разных температурах роста. Слой Si выращен с помощью молекулярно-пучковой эпитаксии, а слой Ge получен методом «горячей проволоки». Структурные исследования проведены с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEOL JEM-2100F (200кВ). Перспектива создания подобных структур сводится к наращиванию на них высокого кристаллического и оптического качества лазерных структур, совместимых с кремниевой радиационно-стойкой КМОП-технологией.

Изображения поперечного среза гетероструктур КНИ, полученные с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии, демонстрируют близкую к атомарно-гладкой поверхность верхнего слоя Si. На ПЭМ-изображениях поперечного среза гетероструктур КНИ не было обнаружено контраста, связанного с дефектами. Исследование поперечного среза гетероструктур Ge/Si/КНИ показало, что отжиг подложки КНИ при температуре 900°C не полностью устраняет с поверхности КНИ диоксид кремния, образовавшийся в результате окисления на воздухе, но при этом сохраняет встроенный в КНИ слой SiO₂. Оставшийся после отжига на поверхности КНИ диоксид кремния способствовал нарушению сплошности буферного слоя Si, выращенного на КНИ при температуре роста 800°C. Уменьшение температуры роста буферного слоя Si с 800°C до 600°C привело к формированию сплошного буферного слоя Si. Релаксация упругих напряжений в процессе эпитаксиального роста слоя Ge на Si происходила с образованием преимущественно таких дефектов как дислокации, которые прорастали к поверхности. Несмотря на то, что в данной работе удалось подобрать такие температуры отжига КНИ и роста буферного слоя Si, при которых сохраняется встроенный в КНИ слой SiO₂ и формируются сплошные Ge/Si буферные слои, тем не менее, требуются дальнейшие исследования, с целью уменьшить число дислокаций, зародившихся на гетерогранице Ge/Si и прорастающих к поверхности структуры Ge/Si/КНИ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 18-72-10061).

ПЭМ характеристика наночастиц $\beta\text{-NaYF}_4\text{:Yb}^{3+},\text{Tm}^{3+}$ до и после термического воздействия

Архарова Н.А.¹, Орехов А.С.^{1,2}, Каримов Д.Н.¹, Орехов А.С.¹, Хайдуков Е.В.¹

¹ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский проспект, 59, Москва, Россия

²Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

e-mail: natalya.arkharova@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.64.90.039

Развитие нано инженерии апковергирующих наночастиц определяется их широким применением в наномедицине, наноэлектронике, фотокатализе, 3D имаджинге, принтинге и т.д. Их уникальные люминисцентные свойства неразрывно связаны с их размерами, морфологией и структурой [1,2].

В данной работе наночастицы $\beta\text{-Na}_{1.5}\text{Y}_{1.5}\text{F}_6\text{:Yb}^{3+},\text{Tm}^{3+}$ подвергались термическому воздействию до температуры 1000 К. Трансформация морфологии и структуры наночастиц была изучена на просвечивающем электронном микроскопе Tecnai Osiris (FEI) при ускоряющем напряжении 200 кВ. ПЭМ изображения наночастиц $\text{Na}_{1.5}\text{Y}_{1.5}\text{F}_6\text{:Yb}^{3+},\text{Tm}^{3+}$ до и после нагрева, а также соответствующие картины электронной дифракции представлены на Рис.1. Монокристаллическая наночастица гексагональной формы трансформируется в отдельные 5-10 нм наночастицы, располагающиеся в форме кольца. На основе полученных данных предложена модель морфологической и фазовой трансформации наночастиц при термическом воздействии.

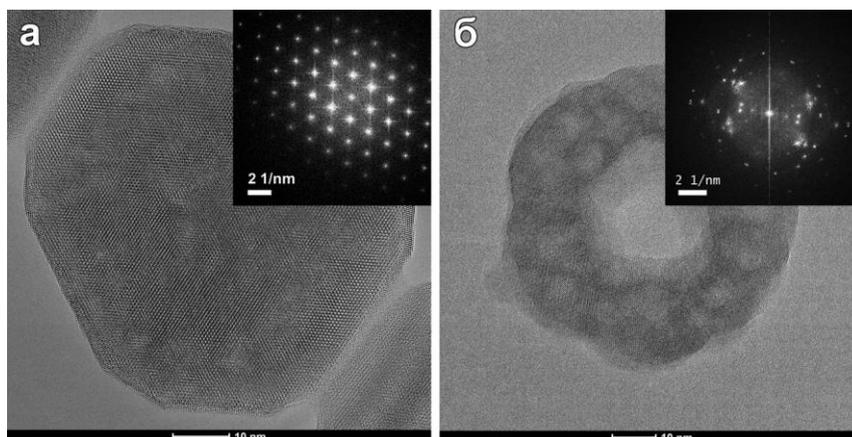


Рис.1. ПЭМ изображения и соответствующие картины электронной дифракции наночастиц $\text{Na}_{1.5}\text{Y}_{1.5}\text{F}_6\text{:Yb}^{3+},\text{Tm}^{3+}$ до нагрева - (а), и после - (б).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 20-32-70174).

Список литературы:

- [1] Li X., Zhang F. and Zhaoa D., Chem. Soc. Rev., 44, 1346-1378 (2015).
- [2] Zhu, X., Zhang, J., Liu, J., Zhang, Y., Adv. Sci., 6, 1901358 (2019).

Структурная стабильность пленок фуллерит-алюминий

Баран Л.В.

Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск, Беларусь
e-mail: brlv@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.75.94.041

Методы растровой электронной и атомно-силовой микроскопии широко используются в научных исследованиях для определения структурных особенностей приповерхностных слоев различных материалов. Большой научный и практический интерес вызывает получение новых композитов с улучшенными физико-механическими свойствами на основе фуллерита C_{60} и алюминия [1-3]. В работе [2] установлено, что допирование фуллерита атомами алюминия до 10% приводит к улучшению физико-механических свойств композитов.

Целью настоящей работы является исследование методами растровой электронной и атомно-силовой микроскопии структуры и морфологии поверхности пленок фуллерит-алюминий с высоким содержанием металла (≥ 20 ат. %).

Пленки получены методом термического испарения в вакууме на установке «ВУП-5М». Из совмещенного атомно-молекулярного потока пленки C_{60} -Al осаждались на подложки из окисленного монокристаллического кремния с ориентацией поверхности (111). Атомная доля металла в пленках составила 20, 25 и 35 %, толщина пленок 600 нм. Исследования структуры и элементного состава проводились с использованием растрового электронного микроскопа LEO 1455 VP (Carl Zeiss, Германия) и энергодисперсионного безазотного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80 (Oxford Instruments, Англия). Морфология поверхности исследовалась с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 Pro (NT-MDT, Россия). Использовались кремниевые зонды с радиусом кривизны кончика иглы 1-3 нм.

Установлено, что размер структурных элементов в свежесаженных пленках фуллерит-алюминий с атомной долей металла 20, 25, 35 % составляет 10, 15, 25 нм соответственно (рис. 1 а, б, в). Однако в пленках присутствуют высокие внутренние механические напряжения из-за несоответствия параметров гранцентрированной кубической решетки алюминия ($a = 0,40494$ нм) и гексагональной плотноупакованной решетки фуллерита ($a = 1,002$ нм, $c = 1,638$ нм), структурных дефектов, релаксация которых приводит к отслаиванию пленки. Степень отслаивания зависит от атомной доли металла. Из рис. 1 г, д, е видно, что увеличение концентрации алюминия в пленках фуллерита приводит к росту площади отслоившихся участков.

Методом рентгеноспектрального микроанализа выявлено, что алюминий равномерно распределен в пленках фуллерита.

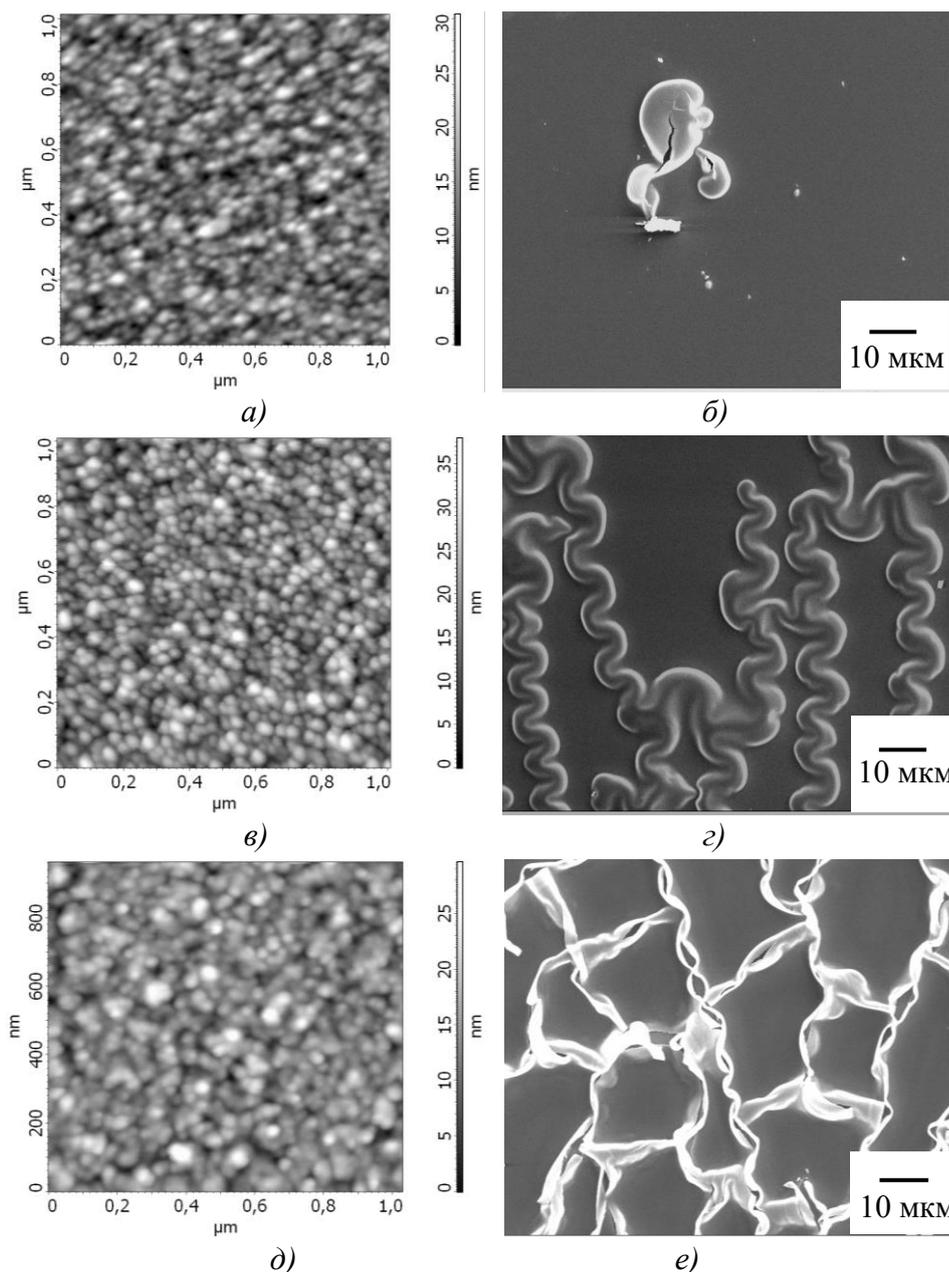


Рис. 1. Морфология пленок C_{60} -Al с различной атомной долей металла:
а), б) 20 ат.% Al; в), г) 25 ат.% Al; д), е) 35 ат.% Al

При конденсации пленок фуллерит-алюминий на подогреваемые до 470 К подложки формируется нанокристаллическая структура со средним размером структурных элементов около 100 нм без отслоения.

Список литературы:

- [1] И.А. Евдокимов, Г.И. Пивоваров, В.Д. Бланк и др., *Известия высших учебных заведений. Серия: Химия и хим. технология*, **54** (7), 58-62 (2011).
- [2] Л.В. Баран, *Российские нанотехнологии*, **11** (9-10), 86-89 (2016).
- [3] Named Asgharzadeh, Hamid Faraghi, Hyoung Seop Kim, *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, **30** (10), 973-982 (2017).

Структура и свойства субмикронных пленок ЦТС с градиентом состава по толщине

Пронин В.П.¹, Старицын М.В.^{1,2}, Валеева А.Р.³

¹Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена

²НИИЦ " Курчатовский институт" - ЦНИИ КМ "Прометей"

³Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
e-mail: pronin.v.p@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.39.57.042

В различных областях микроэлектромеханики находят широкое применение субмикронные сегнетоэлектрические пленки твердых растворов цирконата-титаната свинца $Pb(Zr,Ti)O_3$ (ЦТС) [1-3]. С практической точки зрения наибольший интерес представляют пленки составов, соответствующих морфотропной фазовой границе (МФГ), где их электромеханические параметры достигают максимальных значений. Достижению экстремально высоких сегнетоэлектрических параметров пленок препятствует элементная неоднородность атомов, находящихся в октаэдрических положениях перовскитовой решетке (Zr и Ti) и сверхстехиометрическое содержания оксида свинца, располагающегося на интерфейсах пленки и в межкристаллитном пространстве.

Различие в температурах кристаллизации титаната свинца $PbTiO_3$ и цирконата свинца $PbZrO_3$ может приводить к неоднородному распределению атомов Zr и Ti из-за их сегрегации, происходящей при кристаллизации фазы перовскита. Содержание сверхстехиометрического свинца (необходимого для кристаллизации фазы перовскита) и характер его распределения зависят от температуры синтеза пленок и местоположения центров зародышеобразования фазы перовскита [4-6].

При использовании метода ВЧ магнетронного распыления путем варьирования давления рабочего газа можно в небольших пределах изменять элементное соотношение в пленках ЦТС [6, 7].

Методом ВЧ магнетронного распыления в атмосфере рабочей газовой смеси $80\%Ar + 20\%O_2$ на различные подложки были осаждены пленки ЦТС, которые затем отжигались при температурах 550-570 °С. Состав распыляемой керамической мишени соответствовал области МФГ ($Zr/Ti = 54/46 + 10$ мол.% PbO).

Многослойные структуры формировались путем чередования слоев, осажденных при давлениях 4 и 8 Па. Формировалось два типа структур с разной последовательностью чередования слоев, общей толщиной 800 нм.

Для исследования распределения элементов по толщине сформированных пленок на образцах, осажденных на кремний, были вытравлены окна с наклонной стенкой. Травление производилось пучком ионов Ga под углом менее 1°. Для исследований диэлектрических свойств на образцы, сформированные на

платинированном кремнии, был нанесен массив контактных площадок из платины, размер которых составлял 120*120 мкм. Для диагностики поверхности пленок, микроструктуры, состава и исследования диэлектрических свойств использовались растровый электронный микроскоп LYRA3 (Tescan, Чехия) с энергодисперсионной приставкой X-Max 50 (энергия зондирующего пучка составляла 12 кэВ) и автоматизированный комплекс на базе измерителя иммитанса E7-20.

В работе показано, что в зависимости от очередности осаждения слоев изменяются как структура, так и электрофизические параметры образцов.

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании ЦКП "Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов" НИЦ "Курчатовский институт" - ЦНИИ КМ "Прометей".

Список литературы:

- [1] Yu. Xu, J.D. Mackenzie *Integr. Ferroelectrics*. **1**, 17 (1992).
- [2] P. Muralt *Am. Cer. Soc.* **91**(5). 1385 (2008).
- [3] W. Eerenstein, N.D. Mathur, J.F. Scott *Nature*. **442**, 759 (2006).
- [4] К.А. Воротилов, О.М. Жигалина, В.А. Васильев, А.С. Сигов *ФТТ*. **51**(7), 1268 (2009).
- [5] В.П. Пронин, С.В. Сенкевич, Е.Ю. Каптелов, И.П. Пронин *ФТТ*. **55**, 92 (2013).
- [6] V.P. Pronin, D.M. Dolgintsev, I.P. Pronin, S.V. Senkevich, E.Yu. Kaptelov, A.Yu. Sergienko *IOP Conf. Ser.: J. of Phys.* **872**, 012022 (2017).
- [7] Д.М. Долгинцев, В.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич, И.П. Пронин *ПЖТФ* **45**(6), 3 (2019).

Применение методов электронной микроскопии для решения технологических задач при получении порошков и керамики на основе YAG:Ce

Волков П.А.^{1,2}, Досовицкий А.Е.⁴, Досовицкий Г.А.^{1,2}, Карпюк П.В.^{1,2}, Коржик М.В.^{2,3},
Кузнецова Д.Е.^{1,2}

¹ НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА, г. Москва, Богородский Вал 3

² НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Площадь акад. Курчатова 1

³ Институт ядерных проблем БГУ, г. Минск, Беларусь

⁴ ЗАО «НеоХим», г. Москва

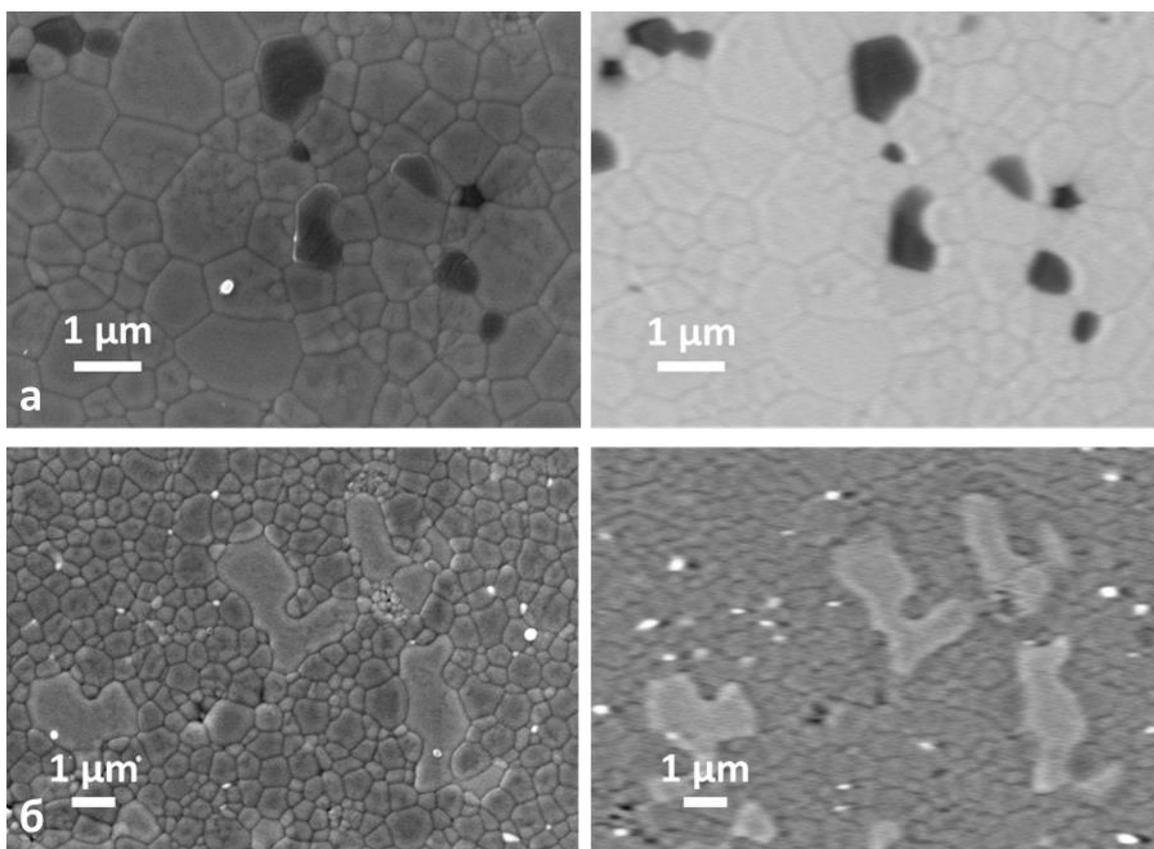
e-mail: daria_kuznecova@inbox.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.78.15.043

Алюмоиттриевый гранат, легированный Ce^{3+} , является хорошо известным люминесцентным материалом, применяемым в различных областях. Порошки YAG:Ce, состоящие из плотных прозрачных частиц, являются люминофорами, используемыми в источниках освещения белого света на основе СИД [1,2], а также обладают радиолюминесценцией под действием альфа, бета и гамма излучений и могут служить модельными образцами для более сложных оксидных систем. На основе наноструктурированных порошков алюмоиттриевого граната могут изготавливаться керамические фотолюминофоры и сцинтилляционные материалы.

В данной работе получали порошки алюмоиттриевого граната ($\text{Y}_{2,97}\text{Ce}_{0,03}\text{Al}_5\text{O}_{12}$), легированного церием, методом совместного осаждения из азотнокислых растворов Y^{3+} , Al^{3+} , Ce^{3+} , используя в качестве осадителя NH_4HCO_3 . После сушки порошки подвергали термообработке при 900 °С, измельчали, прессовали и спекали для получения образцов керамики.

При получении порошков сложных оксидов методом совместного осаждения существует множество параметров процесса осаждения, от которых могут зависеть характеристики получаемых порошков [3,4]. Количественное осаждение компонентов в первую очередь зависит от точности определения концентраций индивидуальных растворов Y, Al и Ce и точности их дозирования при приготовлении смесового раствора, а также параметров синтеза: избытка осадителя, значения pH в процессе синтеза, состава промывных жидкостей. Отклонение от точного состава может быть причиной формирования дефектов в YAG:Ce или возникновения примесных фаз. Для контроля состава получаемых порошков, маточный и промывочные растворы исследовали методом масс-спектрометрии. Сканирующая электронная микроскопия позволяет проводить исследование микроструктуры порошков, а также контроль примесных фаз в получаемой керамике.



Изображения СЭМ (Jeol JSM 7100 F) керамических образцов на основе YAG:Ce с примесной фазой а) с избытком Al, б) с избытком Y: в режиме LED (слева) и режиме BED (справа)

Работа выполнена в рамках проекта «Новое поколение неорганических сцинтилляционных материалов и детекторов на их основе для регистрации нейтронов в широком энергетическом диапазоне» (№ 14.W03.31.0004 от 20 февраля 2017 г.)

Список литературы:

- [1] P. Schotter, R. Schmidt, J. Schneider, Applied Physics A: Materials., 1997, A 64(4), p. 417-418.
- [2] D. Chen, Y. Chen, Transparent $Ce^{3+}:Y_3Al_5O_{12}$ glass ceramic for organic-resinfree white-light-emitting diodes, Ceram. Int. 40 (2014) 15325e15329
- [3] D.E. Kuznetsova, G.A. Dosovitskiy, A.E. Dosovitskiy Transparency and microstructure of YAG:Ce phosphor particles // Optical Materials. Volume 66. April 2017. Pages 547–551
- [4] E. Gordienko, A. Fedorov, E. Radiuk, V. Mechinsky, G. Dosovitskiy, E. Vashchenkova, D. Kuznetsova, V. Retivov, A. Dosovitskiy, M. Korjik, R. Sandu. Synthesis of crystalline Ce-activated garnet phosphor powders and technique to characterize their scintillation light yield. Optical Materials Volume 78, April 2018, Pages 312–318.

Электронно-микроскопические исследования влияния условий термо- и химобработки на состав и структуру пористого анодного оксида титана

Волков Р.Л., Савчук Т.П., Гаврилин И.М., Дронов А.А., Боргардт Н.И., Гаврилов С.А.

*Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва,
Зеленоград, пл. Шокина, д. 1
e-mail: neodemeter@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.84.30.044

Пористый анодный оксид титана (ПАОТ) привлекает большое внимание исследователей из-за его потенциального применения в фотокаталитическом разложении органических загрязнителей и воды. Согласно [1] внедрение в него примеси углерода позволяет улучшить фотокаталитическую активность данного материала в видимом диапазоне света. Поэтому необходимо изучение структуры образцов, получаемых при разных способах и условиях внедрения углерода.

В настоящей работе выполнены электронно-микроскопические исследования структуры и состава ПАОТ, полученного анодированием поверхности титановой фольги во фторсодержащем растворе на основе этиленгликоля. Для модификации полученных наноструктур проводили термообработку продолжительностью 1 ч при следующих условиях: на воздухе при температуре 450°C (образец № 2); в вакууме при температуре 450°C (образец № 3); в вакууме при температуре 450°C, затем на воздухе при температурах 300°C (образец № 4) и 450°C (образец № 5). Образец № 6 был получен травлением в течение 5 минут образца № 2 в смеси H_2SO_4 и H_2O_2 в отношении 9 к 1. Помимо них исследовался исходный образец № 1. Сколы образцов визуализировались при помощи электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650. Приготовление тонких фольг планарного сечения выполнялось методом механической шлифовки и полировки и финального утонения ионами аргона в установке Gatan PIPS 691, а их исследование – в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200.

Изображения сколов исследованных образцов представлены на рис. 1. Из них видно, что образцы № 1–5 состоят из двухслойных полых нанотрубок. Травление образца № 2 для получения образца № 6 привело к удалению внутреннего слоя (рис. 1е). В исходном образце (рис. 1а) слои имеют однородную структуру и, согласно данным электронной дифракции, представляют собой аморфный материал. В отожженных образцах (рис. 1б–е) наружный слой однороден и образован поликристаллическим анатазом с размером зерен в 1–2 микрона. Внутренний слой (рис. 1б–д) является поликристаллическим с наночастицами размером 4–6 нм. В образцах № 3, 4, 5

они представляли собой рутил, а в образце № 2 – рутил и анатаз. В образцах, отожженных на воздухе (№ 2, 4, 5), внутренний слой оказался мезопористым.

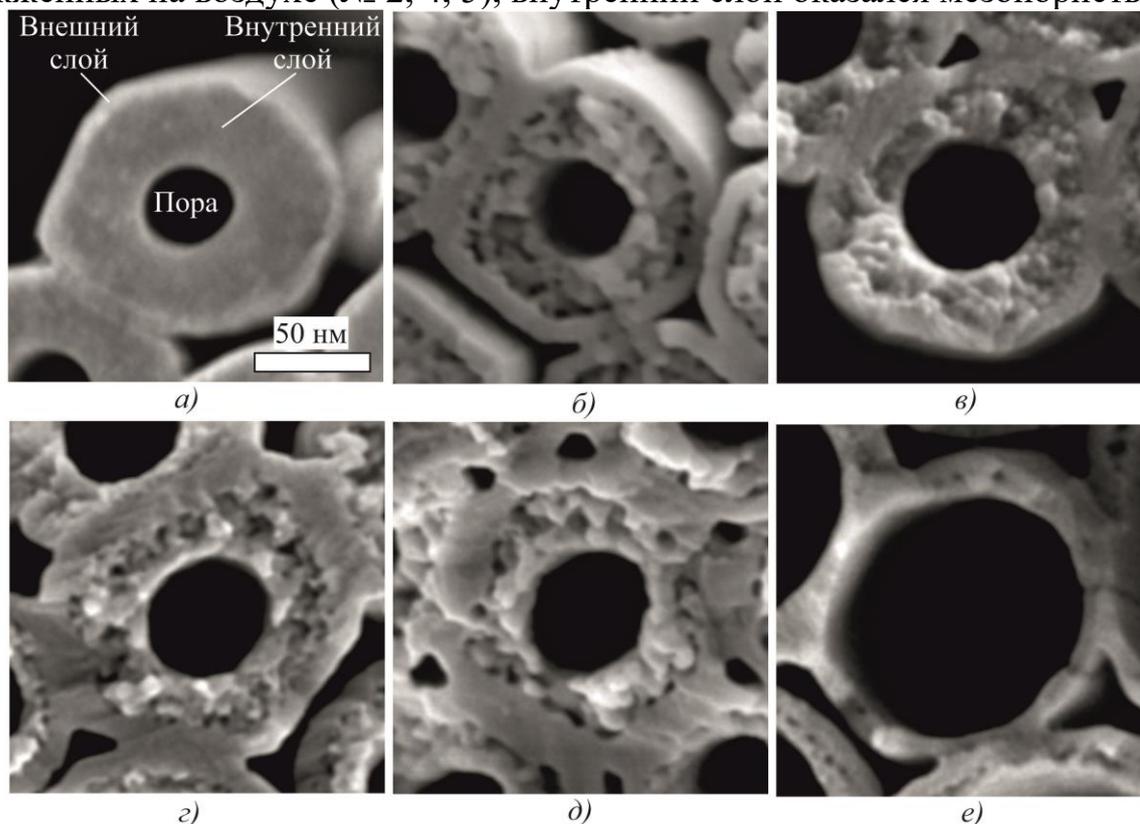


Рис. 1. Изображения во вторичных электронах сколов ПАОТ (а–е) на образцах № 1–6 соответственно

Энергодисперсионный рентгеновский анализ показал, что во всех образцах $Ti:O \approx 1:2$. Во внешних слоях нанотрубок углерод располагается равномерно и составляет долю в несколько процентов. Во внутренних участках нанотрубок в образцах № 2–4 наблюдается падение его концентрации по направлению от внешних слоев к центру, а в образцах № 1 и 5 он распределен равномерно. Средняя концентрация углерода во внутренних слоях образцов № 1–5 по отношению к общему количеству атомов составляет 19%, 5%, 30%, 3% и 1% соответственно.

Таким образом, при помощи растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследованы структура и состав ПАОТ в зависимости от условий термо- и химической обработки. Показано, что комбинированный отжиг, отжиг на воздухе и травление H_2SO_4 приводят к частичному удалению из ПАОТ углерода, сохраняющегося только в примесных концентрациях.

Список литературы:

[1] K. Lee, A. Mazare and P. Schmuki, *Journal*, **114**, 9385 (2014).

Макро- и микроструктура жаропрочного никелевого сплава ЖС6У в литом состоянии и в материале изделий сформированных методом проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии

Гурьянов Д.А., Фортуна С.В., Калашников К.Н., Чумаевский А.В.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск
e-mail: desa-93@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.49.21.045

Жаропрочные сплавы на основе никеля являются востребованным материалом в производстве деталей горячего тракта газотурбинных двигателей и установок. Подобные детали необходимо получать с направленной либо монокристаллической структурой, для этого в настоящее время чаще всего применяют метод Бриджмена-Стокбаргера или его модификацию с жидкометаллическим охладителем. С активным развитием аддитивных технологий появился интерес в формировании изделий из жаропрочных сплавов данными подходами [1]. В настоящей работе сравниваются структуры слитка из сплава ЖС6У и изделия из того же сплава, но полученного методом проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии (ПЭЛАТ).

Анализ макроструктуры показал, что материал слитка характеризуется наличием колоний дендритов с разориентированным направлением роста. В то время как, в материале изделия, полученного ПЭЛАТ, отсутствуют отдельные колонии, а дендриты имеют ярковыраженное направление роста. Кроме того, расстояние между осями дендритов первого порядка (основная структурная характеристика изделий, получаемых при направленной кристаллизации) на порядок меньше в случае ПЭЛАТ, что говорит о значительных величинах температурного градиента.

Методом растровой электронной микроскопии установлено, что вторичные выделения (в основном карбиды) измельчаются и принимают так называемую «скелетную» морфологию [2] в случае ПЭЛАТ. В материале в литом состоянии карбиды представлены частицами неправильной формы размером до 10 мкм. Также стоит отметить, что материал слитка представлен типичной для жаропрочного никелевого сплава структурой в виде выделений интерметаллидной γ' -фазы кубоидной морфологии (размер от 100 нм до 1 мкм) и прослойки из твердого раствора на основе γ -фазы [3] (см. рисунок 1-а). В материале, сформированном с помощью ПЭЛАТ, подобная структура выявляется только при исследовании методом просвечивающей электронной микроскопии (см. рисунок 1-б), т.к. размер кубоидов γ' -фазы не превышает 50 нм, а прослойка из γ -фазы практически отсутствует, в силу плотной упаковки кубоидов γ' -фазы. Не смотря на то, что размер частиц γ' -фазы не превышает нескольких десятков нанометров, микродифракционная картина представлена

точечными рефлексами, а не кольцевыми (характерно для наноструктурных материалов), что свидетельствует о наличии у них строгой кристаллографической ориентации.

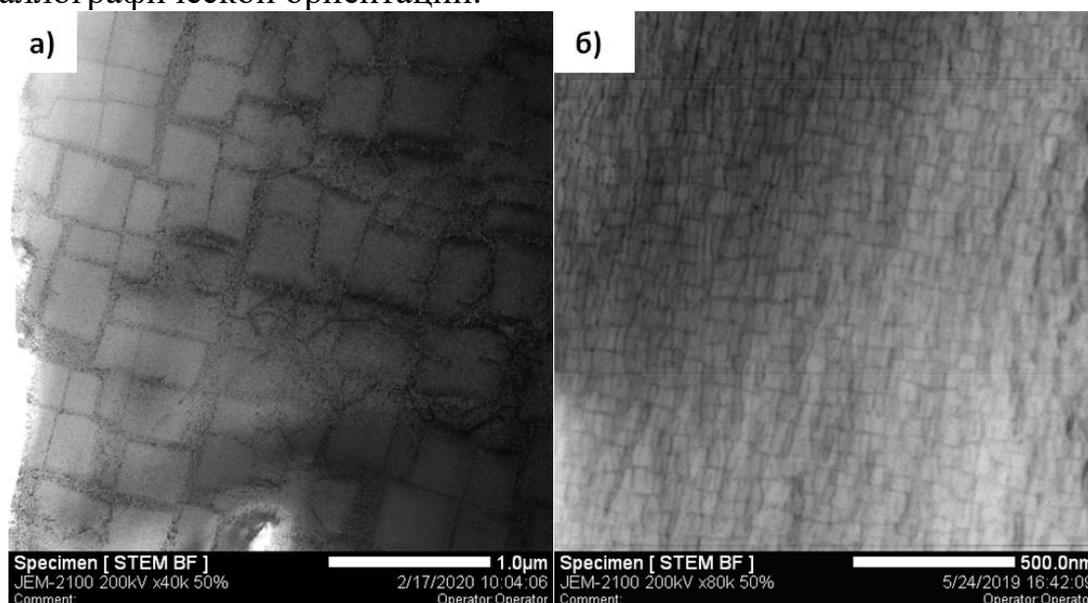


Рис.1. Сравнение размера и морфологии выделений γ' -фазы в литом состоянии (а) и после ПЭЛАТ (б)

Направленный рост дендритов (отсутствие колоний дендритов с различной ориентацией) и формирование основной упрочняющей γ' -фазы с выраженной кристаллографической ориентацией говорит о том, что метод ПЭЛАТ подходит для получения изделий из жаропрочных сплавов с направленной структурой. Также стоит отметить, что сплав ЖС6У создавался для получения изделий с равноосной структурой, следовательно, применение сплавов, созданных для реализации направленной кристаллизации (на пример ВЖЛ21), повысит эффективность ПЭЛАТ как метода получения изделий с направленной структурой.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.11

Список литературы:

- [1] Yao-Jian Liang, Jia Li, An Li, Xiao-Tong Pang, Hua-Ming Wang, *Scripta Materialia*, **127**, 58-62 (2017).
- [2] Yaxin Ma and Yifei Gao, Proceedings of the 3rd International Conference on Machinery, Materials Science and Energy Engineering, 18-19 July 2015, Wuhan, Hubei, China, 538-549 (2015)
- [3] Е.Н. Каблов, Н.В. Петрушин, М.Б. Бронфин, А.А. Алексеев, *Металлы*, **5**, 47-57 (2006).

Электрохимическое осаждение и электронномикроскопические исследование массивов двухчастных нанопроволок, применяемых для генерации терагерцового излучения

Ерохина Н.С.¹, Черкасов Д.А.¹, Загорский Д.Л.¹, Каневский В.М.¹, Чигарев С.С.²,
Вилков Е.А.², Панас А.И.²

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г.Москва, Ленинский пр-т, 59

² ИРЭ РАН, г.Фрязино
e-mail: dzagorskiy@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.54.046

Работы по синтезу и применению наноразмерных объектов- нанопроволок (НП)– ведутся достаточно активно. Массивы НП могут иметь различные применения. Одно из таких направлений, развиваемое авторами- создание устройств для генерации электромагнитного излучения терагерцового диапазона. Известно, что такая генерация может быть получена при пропускании тока высокой плотности через контакт двух различных ферромагнитных металлов.

В настоящей работе для решения этой задачи было предложено синтезировать массив НП (совокупность из большого числа- $10^7 - 10^9$ на кв.см площади образца), каждая из которых состоит из двух частей-из двух различных металлов. Предполагалось, что при пропускании тока через массив таких НП возникнут необходимые условия генерации. В эксперименте синтез массива НП проводился путём гальванического заполнения пор в трековой мембране. При этом половина длины для всех пор заполнялась одним металлом, а вторая половина- другим металлом (сплавом). Процесс этот, называемый матричным синтезом, обычно проводится в одной гальванической ячейке. В данной работе рост двух слоёв проводился в различных гальванических ячейках: за счёт этого уменьшалось количество примесей.

Для электронно- микроскопических исследований применялся прибор JEOL JSM 6000, с элементным анализом. СЭМ исследования применялись на различных этапах- при аттестации ростовых трековых мембран, оценке топографии получаемых НП, для изучения состава слоёв, при исследовании деградации получаемых структур из-за пропускания тока.

К мембранам, заполненным двухчастными НП (из двух металлов), затем подводились контакты, через которые пропускался ток. При этом возникало излучение, которое детектировалось с помощью ячейки Голея. Было показано, что излучение имеет нетепловой характер. В работе было исследовано несколько комбинаций металлов: наилучшие результаты были получены при использовании пар Fe/Ni и Co/FeNi.

Работы проводились при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках выполнения работ по государственным заданиям ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН и ИРЭ РАН, а также Грант РФФИ 20-07-00349.

Самоорганизация нанобъектов серебра в тонкой пленке органического полупроводника.

Аристова И.М.¹, Молодцова О.В.^{2,4}, Ходос И.И.³, Поторочин Д.В.^{2,4}, Аристов В.Ю.^{1,2}

¹ *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432, Россия*

² *Синхротронный центр BESSY, г. Гамбург, DESY. Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, 22607, Hamburg, Germany.*

³ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д. 6, 142432, Россия*

⁴ *Университет ИТМО, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, 197101, Россия
e-mail: aristova@issp.ac.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.68.31.047

Представлены результаты получения и исследования свойств нанокompозитных структур, состоящих из двумерных и трехмерных металлических нанобъектов серебра, самоорганизующихся в органическом молекулярном тонкопленочном полупроводнике - четырехфтористом фталоцианине меди (CuPcF_4).

Тонкие пленки полупроводников, в том числе и органических полупроводниковых материалов, являются основой современных нанотехнологий. В ряду молекулярных полупроводников достойное место для практического применения могут занять фталоцианины в силу их химической и термической устойчивости, экологичности, технологичности при получении пленок, а также уникальных электронных свойств. Для реализации дополняющих друг друга логических схем необходимы полупроводники как p- так и n- типа. Большинство органических полупроводников, в том числе и большинство тонких пленок фталоцианинов - материалы p-типа. Однако в [1] было показано, что фторирование фталоцианина меди (образование $\text{C}_{32}\text{H}_{12}\text{N}_8\text{CuF}_x$ (CuPcF_x), $x = 4, 8, 16$) является предпосылкой для изменения дырочной проводимости в CuPc на электронную проводимость в CuPcF_x . В настоящей работе мы создаем модельные нанокompозитные материалы, состоящие из нанобъектов серебра различного размера, заключенных в один и тот же органический полупроводник – CuPcF_4 , и изучаем их фундаментальные характеристики. Тетрафторфталоцианин меди ($\text{C}_{32}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{CuF}_4$) или (CuPcF_4) представляет собой высокостабильный органический компаунд, обладающий низким давлением паров. Последнее обстоятельство позволяет получать и изучать пленки этого материала в условиях сверхвысокого вакуума ($P = (4-8) \times 10^{-10}$ Торр) при комнатной температуре. Были изготовлены гибридные тонкие (~ 22 нм) пленки, состоящие из органической полупроводниковой матрицы и нанобъектов серебра. Изучен процесс их формирования и определены ключевые физические параметры - морфология и электронные свойства в зависимости от номинального количества напыленного серебра.

Спектроскопия тонкой структуры поглощения рентгеновского излучения вблизи порогов (NEXAFS) не выявила существенного химического взаимодействия органической молекулярной тонкой пленки с металлическими нанобъектами на каждом этапе их формирования. Методами просвечивающей электронной микроскопии, включая микроскопию высокого разрешения (ПЭМ и ВР-ПЭМ) установлено, что параметры и морфология нанобъектов коррелируют с номинальным количеством осажденного серебра. Большинство атомов металла диффундирует в органическую матрицу и самоорганизуется в трехмерные наночастицы. Но на начальных этапах осаждения серебра мы обнаружили образование квазидвумерного металлического слоя на поверхности упорядоченного молекулярного кристалла. Двумерные слои золота, серебра или меди могли бы стать незаменимыми для гибкой и прозрачной электроники, однако до сих пор существуют значительные трудности при получении таких ультратонких металлических пленок. Поэтому обнаруженное явление роста двумерных островков серебра при напылении металла на CuPcF_4 (рис.1) представляется перспективным для дальнейшего применения.

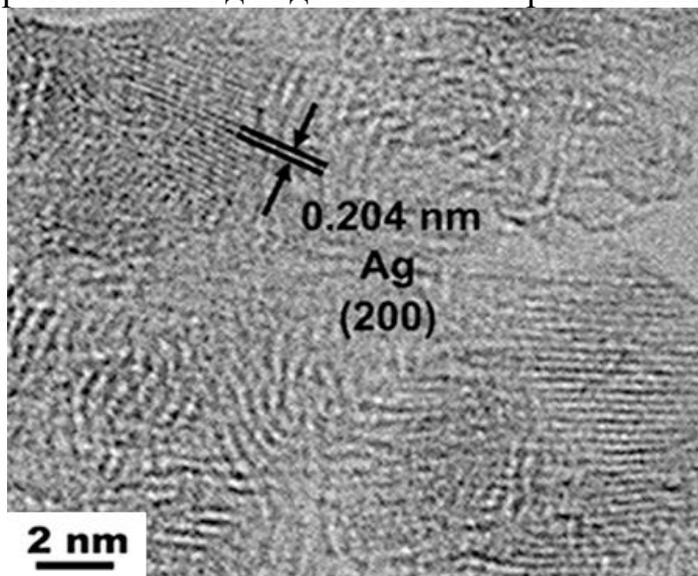


Рис.1. Электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения пленки органического полупроводника CuPcF_4 с квазидвумерным металлическим слоем серебра при номинальном покрытии Ag 0,3 нм.

Данная работа была выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичном финансировании РФФИ (грант 20-02-00489)

Список литературы:

- [1] D.D. Klyamer, T.V. Basova, P.O. Krasnov, A.S. Sukhikh, *J. Molecul. Struct.*, **1189**, 73-80 (2019). DOI: 10.1016/j.molstruc.2019.04.032.

Исследование ионно-индуцированных дефектов в гексагональном нитриде бора методом катодолюминесценции

Болотин К.², Вывенко О.Ф.¹, Гогина О.А.¹, Ковальчук С.², Петров Ю.В.¹, Шаров Т.В.¹

¹ Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия.

² Department of Physics, Freie Universität Berlin, 14195 Berlin, Germany
e-mail: o_gogina@mail.ru, y.petrov@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.38.46.048

Гексагональный нитрид бора - h-BN с шириной запрещённой зоны 6,08 эВ [1] относится к широкозонным полупроводникам. Интерес к h-BN обусловлен возможностью создания точечных дефектов и наличием явлений фото- и катодолюминесценции. В перспективе возможно создание однофотонных квантовых излучателей на основе люминесценции собственных и ионно-индуцированных дефектов в нитриде бора [2]. Для создания таких одиночных дефектов можно использовать облучение сфокусированным ионным пучком.

В настоящей работе представлено экспериментальное исследование ионно-индуцированных дефектов в тонком монокристалле h-BN на подложке Si_3N_4/Si методом катодолюминесценции (КЛ). Метод был реализован на базе сканирующего электронного микроскопа Zeiss SUPRA 40VP с регистрирующей системой Gatan Mono CL3+. Дефекты создавались облучением участков материала сфокусированным ионным пучком (ФИП) с различными дозами. В эксперименте использовался ФИП с источником Ga, т.к. в настоящее время он является одним из самых распространенных источников ионов для ФИП. Облучение ионам проводилось с использованием двулучевой системы Zeiss Auriga. Регистрация спектров КЛ проводилась в диапазоне длин волн от 200 до 700 нм при возбуждении электронами с ускоряющим напряжением 5кВ.

В результате исследования получены спектры КЛ, демонстрирующие пики свечения с энергиями 1.9 эВ, 2.9 эВ, которые могут быть связаны с примесным атомом углерода в положении вакансии азота C_N , примесным кислородом O_N в положении азота, азотной вакансией V_N или примесным атомом бора в положении азота B_N , а также комплексами перечисленных дефектов [1, 4].

По результатам экспериментов установлено, что ионный пучок оказывает существенное влияние на интенсивность линий спектра исследуемого h-BN. Сопоставление экспериментальных результатов с результатами численного моделирования методом Монте-Карло позволяет предположить, что ионное облучение приводит к появлению центров безызлучательной рекомбинации.

Уменьшая численность дефектов или создавая новые, можно управлять фото- и катодолюминисценцией h-BN.

Список литературы:

- [1] Cassabois G., Valvin P., Gil B. Hexagonal boron nitride is an indirect bandgap semiconductor //Nature Photonics. – 2016. – Т. 10. – №. 4. – С. 262.
- [2] Bourrellier R. et al. Bright UV single photon emission at point defects in h-BN //Nano letters. – 2016. – Т. 16. – №. 7. – С. 4317-4321.
- [3] Ngwenya T. B., Ukpong A. M., Chetty N. Defect states of complexes involving a vacancy on the boron site in boronitrene //Physical Review B. – 2011. – Т. 84. – №. 24. – С. 245425.

Рекристаллизация тонких пленок Pt и Pt-Rh

Калинин И.А.¹, Росляков И.В.^{1,2}, Напольский К.С.^{1,2}

¹Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, 119234, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 73, Россия

²Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, 119992, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, Россия
e-mail: rus.ivan4@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.69.70.049

Платина обладает уникальными характеристиками, обуславливающими её использование в качестве материала для создания нагревательных элементов и термометров сопротивления. Легирование родием существенно упрочняет платину за счет понижения диффузионной подвижности в сплаве от введения более тугоплавкого металла. Наиболее востребованными являются сплавы, содержащие 5–15 масс. % Rh. Целью работы является изучение процессов рекристаллизации в тонких пленках Pt и сплавов Pt-Rh для создания на их основе компонентов устройств микроэлектроники, функционирующих при высоких температурах. В работе исследованы структурированные в виде двумерной спирали пленки Pt, Pt-11%Rh, Pt-21%Rh толщиной 100 нм, сформированные методом магнетронного напыления на поверхности анодного оксида алюминия.

По данным РЭМ после отжига 12 часов при 810 °С для чистой платины отчетливо видно наличие крупных дефектов вследствие интенсивного протекания процессов рекристаллизации. Средний размер зерен металла в данном случае составляет 112 ± 30 нм. Добавка 11 % родия приводит к более однородной структуре металлического покрытия без ярко выраженных дефектов. Средний размер зерен в данном случае составляет 40 ± 7 нм.

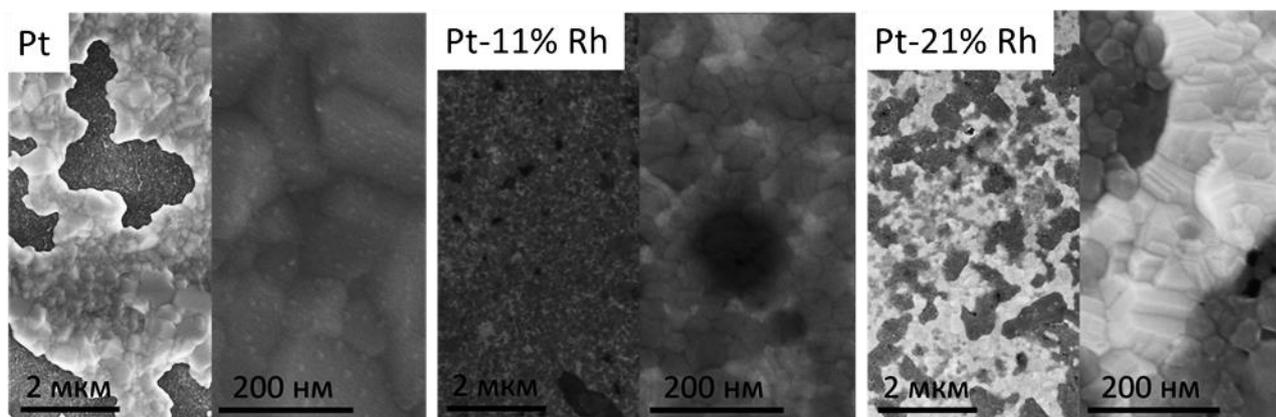


Рис.1. Морфология металлических пленок различного состава после отжига при температуре 810 °С в течение 12 часов. Представлены изображения растровой электронной микроскопии, полученные при различных увеличениях.

Термическая обработка пленок Pt-21%Rh при температурах 730 и 810 °С приводит к расслоению твердого раствора на две фазы, обогащенные по родию и по платине, соответственно. Указанное поведение отчетливо прослеживается на изображениях РЭМ и в результатах РСМА (табл. 1). Светлые области – участки с меньшим содержанием родия по сравнению с исходным сплавом и большим размером кристаллитов (93 ± 27 нм). Темные области, напротив, обогащены по родию и, как следствие, характеризуются более медленной кинетикой рекристаллизации (размер зерен 55 ± 8 нм).

Температура отжига	Светлые участки	Темные участки
730 °С	Pt-16 \pm 3%Rh	Pt-49 \pm 3%Rh
810 °С	Pt-13 \pm 1%Rh	Pt-65 \pm 6%Rh

Табл.1. Расслоение сплава Pt-21%Rh в результате термической обработки при различных температурах в течение 12 часов. Данные рентгеноспектрального микроанализа для пленок Pt-21% Rh.

Кристаллическая структура металлических пленок различного состава после термической обработки при 810 °С исследована методом дифракции обратно рассеянных электронов. Для всех случаев проявляется текстура в направлении $\langle 111 \rangle$, для количественного сравнения которой проанализированы распределения зерен по кристаллографической ориентации. Ширина максимума при 0° характеризует дисперсию зерен по ориентации, которая стремится к бесконечности при отсутствии текстуры и стремится к нулю в случае исследования монокристалла. Для пленок Pt и Pt-21%Rh, которые характеризуются наличием в структуре крупных кристаллитов, значения указанной дисперсии составляют $22,9 \pm 1,1^\circ$ и $19,5 \pm 2,1^\circ$, соответственно. Большее значение дисперсии по ориентации для Pt-11%Rh ($30,7 \pm 1,3^\circ$) согласуется с данными статистического анализа изображений РЭМ и позволяет заключить, что пленки данного состава обладают наибольшей термической стабильностью среди исследованных.

По результатам проведенных исследований наибольшей термической стабильностью обладают пленки состава Pt-11%Rh. Они были использованы для создания прототипов микронагревателей, которые могут служить основой для последующей разработки полупроводниковых и термокаталитических газовых сенсоров. Сопротивление элементов при комнатной температуре составляет ~ 100 Ом, напряжение питания для достижения температуры активной зоны ~ 500 °С составляет ~ 4 В, потребляемая при этом мощность ~ 100 мВт. Дрейф сопротивления при указанной температуре активной зоны не превышает 0,5% в сутки.

Структура и морфология пленок β -SiC, синтезированных в атмосфере метана

Синельников А.А.¹, Солдатенко С.А.², Канныкин С.В.¹

¹Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

²Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия

e-mail: aa_sinelnikov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.70.88.050

Синтез гетероструктур β -SiC/Si осуществляли методом импульсной фотонной обработки (ИФО) излучением ксеноновых ламп полированных с двух сторон пластин кремния марки КДБ-10 ориентацией (111) толщиной 450 мкм в остаточной атмосфере метана марки ВЧ от $1,3 \cdot 10^{-2}$ до $5,3 \cdot 10^{-1}$ Па после предварительной откачки рабочего объема камеры турбомолекулярным насосом до $6,6 \cdot 10^{-3}$ Па. Спектральный диапазон ламп 0,2-1,2 мкм. Длительность пакетов световых импульсов составляла 3 с. Плотность энергии, поступающей на образец: 269, 273, 277 и 284 Дж·см⁻².

Температуру синтеза на облучаемой стороне пластины для всех значений E_p рассчитывали методом интерполяции по двум известным точкам [1]: температуры плавления эвтектики в системе Si-C ($T_m = 1\ 677$ К) при $E_p = 284$ Дж·см⁻² и пороговой температуры синтеза ($T = 1\ 273$ К) при $E_p = 240$ Дж·см⁻². Кажущуюся энергию активации развития шероховатости поверхности и роста субзерен пленки SiC оценивали по температурной зависимости шероховатости $R(T)$ и среднего размера субзерна $D(T)$.

Ориентацию, структуру и субструктуру пленок SiC исследовали методами ПЭМ, ДБЭ на электронном микроскопе Zeiss Libra 120 и электронографе ЭГ-100. Рельеф и шероховатость поверхности исследовали методами АСМ на микроскопе NT-MDT Solver P47. Распределение элементов по толщине контролировали методом ОЭС с послойным ионным распылением на приборе ЭСО-3 с анализатором DESA-100.

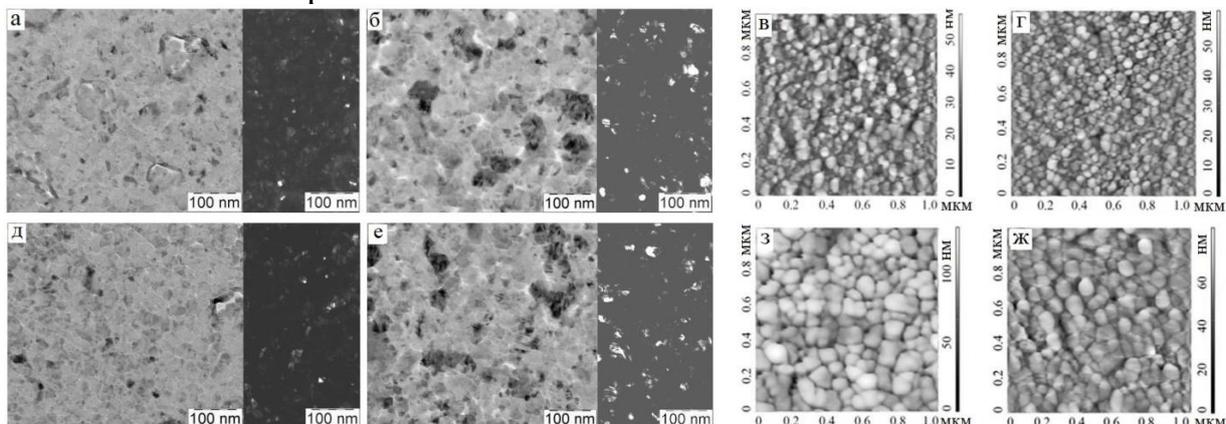


Рис. 1 – Изображения пленок β -SiC полученные методом ПЭМ (а, б, д, е) и методом АСМ (в, г, з, ж): а, д, в, з – синтезированных на облучаемой стороне пластины кремния; б, е, г, ж - на необлучаемой; а, б, в, г - при $E_p = 269$ Дж·см⁻²; д, е, з, ж - при $E_p = 284$ Дж·см⁻²

На рис. 1 а,б,д,е представлены ПЭМ-изображения, характеризующие субструктуру пленок β -SiC, синтезированных на обеих сторонах пластины кремния. Как видно на рисунках, общей характеристикой пленок β -SiC, полученных при различных E_p , является их блочная мозаичная субструктура. Размеры субструктурных элементов (блоки субзерен, субзерна) монотонно возрастают с увеличением плотности энергии ИФО. Анализ контраста АСМ-изображений поверхности пленок, синтезированных на обеих сторонах пластины кремния (рис. 1 в,г,з,ж), подтверждает вывод о блочности субструктуры пленок и о канавках по границам блоков, сделанный по данным ПЭМ. Профиль распределения элементов по толщине, полученный методом ОЭС, свидетельствует о том, что в объеме пленки элементный состав однороден и соответствует стехиометрии SiC.

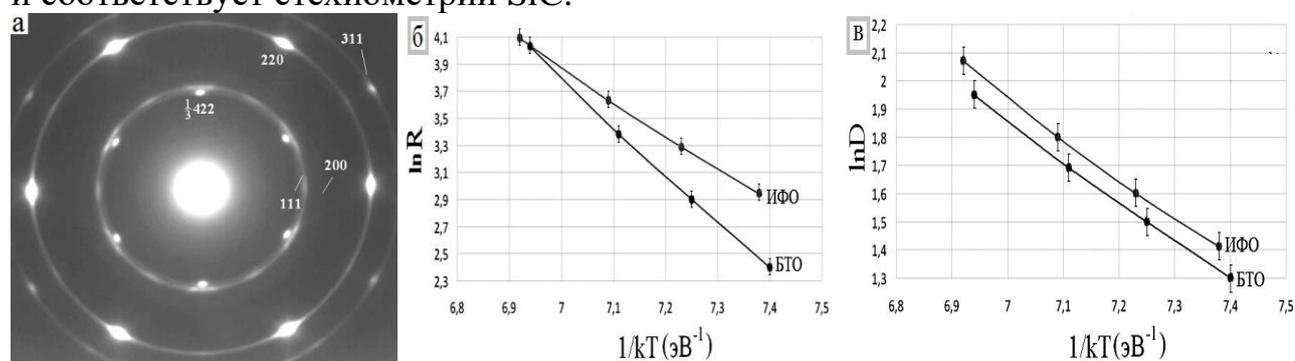


Рис. 2 – Электронограмма (а) пленки β -SiC, синтезированной на облученной стороне (111)Si при $E_p = 269$ Дж·см⁻². Графические зависимости: б – логарифма шероховатости от обратной температуры $1/kT$ (эВ⁻¹); в – среднего размера субзерна от обратной температуры

Для пленок характерна двухосная текстура (рис.2) в трех симметрично эквивалентных позициях по ориентационному соотношению: (111), $[1\bar{1}0]$ SiC II (111), $[1\bar{1}0]$ Si. Кроме того, наряду с параллельной ориентацией имеются зерна в двойниковой (180-градусной) ориентации и произвольно ориентированные зерна. Субструктура пленок – нанокристаллическая с высокой плотностью дефектов упаковки и микродвойниковых прослоек.

На рис. 2 построены графические зависимости логарифма R и D от обратной температуры $1/kT$ (эВ⁻¹). Полученные значения кажущейся энергии активации (2,5 эВ при ИФО и 3,5 эВ при БТО) развития шероховатости пленки β -SiC при твердофазном синтезе сопоставимы с энергией активации поверхностной самодиффузии (4,5 эВ) для монокристаллического карбида кремния. Эффект фотонной активации синтеза β -SiC проявляется в снижении кажущейся энергии активации развития шероховатости в 1,4 раза.

[1] Борисенко В.Е., Твердофазные процессы в полупроводниках при импульсном нагреве, Наука и техника, Минск, 1992, 247 с.

Фазовый состав и микроструктура пленок оксида олова

Синельников А.А.¹, Канныкин С.В.¹, Солдатенко С.А.², Рябцев С.В.¹

¹Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

²Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия

e-mail: aa_sinelnikov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.59.34.051

Формирование гетероструктур SnO₂/SiO₂/Si осуществляли в две стадии. В процессе магнетронного распыления мишени из металлического олова чистотой 99,999% формировали пленки Sn толщиной 30–40 нм на подложках оксидированного монокристаллического Si (100). Пленки Sn оксидировали посредством двухступенчатого отжига на воздухе во избежание нарушения целостности пленки: в течение 60 мин при T₁ = 490 К, а затем в течение 180 мин при T₂ = 970 К.

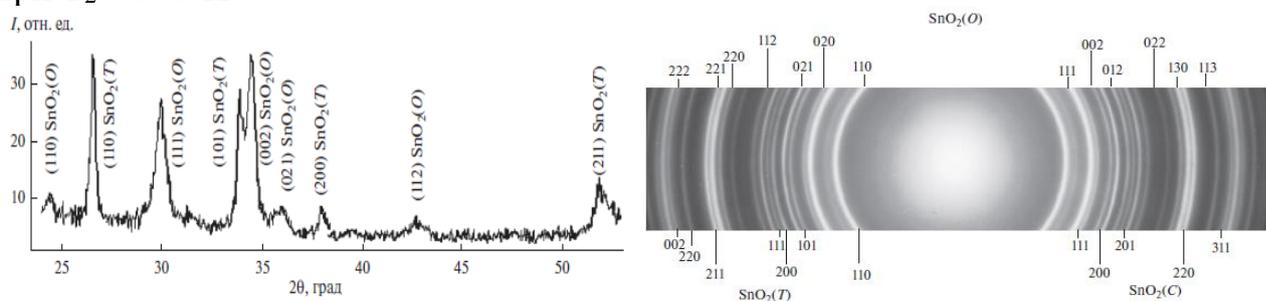


Рис.1. Дифракционная картина (а) и электронограмма (б) пленок SnO₂

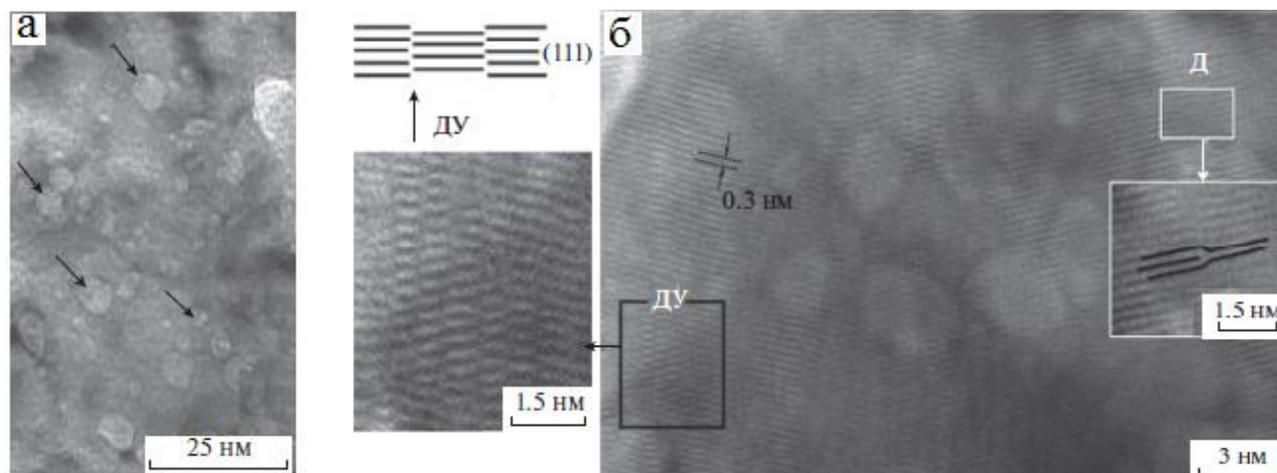


Рис.2. ПЭМ-изображения пленки SnO₂: а – светлопольное изображение, стрелками указано наличие нанопор; б – изображение высокого разрешения, ДУ – дефекты упаковки, Д – дислокации

Фазовый состав, микроструктуру и ориентацию пленок оксида олова(IV) исследовали методами рентгенографического анализа (дифрактометр Thermo Scientific ARL X'TRA) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (ЭМВ-100 БР и Zeiss Libra120). Для исследования в электронном микроскопе

пленки SnO_2 отделяли от подложки химическим травлением слоя оксида кремния. Анализ рентгенограмм и электронограмм проводили с использованием базы данных ICDD Международного центра дифракционных данных.

Данные рентгенофазового анализа (РФА), представленные на рис. 1а, свидетельствуют, что пленки SnO_2 состоят из наноразмерных кристаллитов двух полиморфных модификаций: термодинамически стабильной тетрагональной модификации $\text{SnO}_2(\text{T})$ и метастабильной орторомбической модификации $\text{SnO}_2(\text{O})$. На рис. 1б представлена электронограмма (метод дифракции быстрых электронов (ДБЭ), индицирование которой показало, что помимо орторомбической $\text{SnO}_2(\text{O})$ и тетрагональной $\text{SnO}_2(\text{T})$ фаз в пленках SnO_2 содержатся наноразмерные зерна кубической модификации.

Исследование пленок SnO_2 методом ПЭМ показало (рис. 2), что они имеют мозаичную субструктуру. Для субструктуры пленок $\text{SnO}_2(\text{O})$ характерно наличие закрытых нанопор размером до 10 нм (указаны стрелками на рис. 2а). Наиболее крупные поры имеют тенденцию к огранению в соответствии с ориентацией блоков. Пленки SnO_2 образованы блоками текстурированных нанозерен. Размеры блоков не превышают 100 нм, а размеры нанозерен в них варьируются в пределах от 1 до 15 нм. На ПЭМ-изображении высокого разрешения (рис. 2б) участка блока с осью зоны, близкой к $\langle 101 \rangle$, наблюдается фазовый контраст для действующего отражения g_{11-1} с периодом около 0,3 нм, соответствующим межплоскостным расстояниям $d_{111} = 0,298$ нм $\text{SnO}_2(\text{O})$. Изменение ориентации плоскостей (11-1) в пределах блока свидетельствует о высокодисперсной мозаичной структуре с взаимной разориентацией субнанозерен до 10° . Ориентационное несоответствие между кристаллами компенсируется дислокациями (выделены на вставке к рис. 2б) с вектором Бюргерса $b = \frac{1}{2} \langle 10-1 \rangle$. Смещение полос фазового контраста на $\frac{1}{2}$ периода свидетельствует о наличии дефектов упаковки (ДУ) по плоскости скольжения (10-1) с вектором сдвига $R = \frac{1}{2} [010]$, определенным из соотношения $gR = \frac{1}{2}$.

Матричная фаза $\text{SnO}_2(\text{O})$ когерентно связана с прослойкой $\text{SnO}_2(\text{T})$ по ориентационному соотношению (101), [010] или [21-2] $\text{SnO}_2(\text{O}) \parallel (121)$, [-101] или [-11-1] $\text{SnO}_2(\text{T})$. ДУ представляют собой прослойку тетрагональной фазы. Тот факт, что фаза $\text{SnO}_2(\text{C})$ не выявлена методом рентгеновской дифрактометрии, а только ДБЭ, можно объяснить размерным эффектом уширения дифракционных пиков и уменьшения их интенсивности на 15% большим, чем в методе ДБЭ.

При термическом оксидировании конденсированных пленок Sn образуются нанокристаллические многофазные пленки SnO_2 . Основная фаза – орторомбическая, сопутствующие (в порядке уменьшения содержания) – тетрагональная и кубическая.

Результаты исследований получены на оборудовании Центра коллективного пользования Воронежского государственного университета. URL: <http://ckp.vsu.ru>

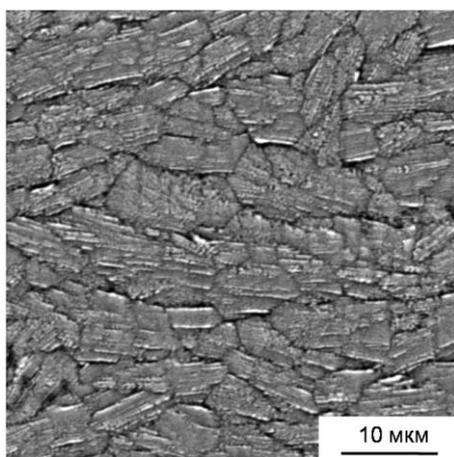
Структура и прочность оксидных композитных волокон повышенной крипостойкости и трещиностойкости, полученных методом внутренней кристаллизации

Кийко В.М.

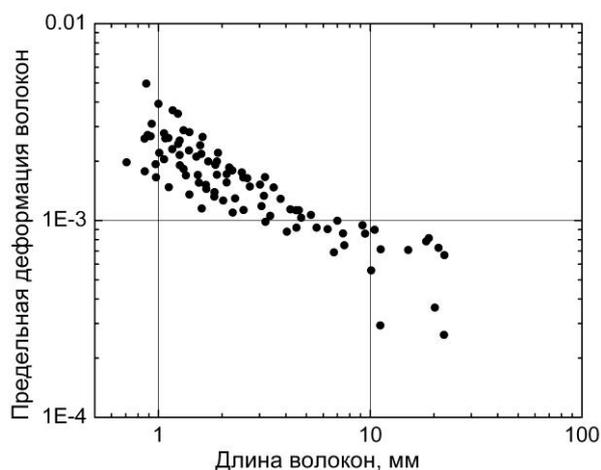
Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл, Россия
e-mail: kiiko@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.66.98.052

Представленные оксидные волокна двух составов нацелены на применение их в качестве компонентов для высокотемпературных волокнистых композитов. Повышенное сопротивление ползучести должно обеспечиваться наличием алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ [1], трещиностойкость – гексаалюминатом кальция $CaAl_{12}O_{19}$ [2], прочность – сапфиром Al_2O_3 , которые входят в качестве составляющих в структуру волокон.



(а)



(б)

Рис.1. Участок структуры одного из волокон на основе Al_2O_3 – $Y_3Al_5O_{12}$ – $CaAl_{12}O_{19}$ в поперечном сечении (а); (б) – зависимость предельной деформации партии волокон от длины.

Волокна изготавливались методом внутренней кристаллизации [3] из исходных смесей оксидов двух составов: Al_2O_3 – 39 вес. % Y_2O_3 – 2.8 вес. % CaO и Al_2O_3 – 24 вес. % Y_2O_3 – 2.4 вес. % CaO . Волокна первого состава должны обладать повышенным сопротивлением ползучести за счет доминирования $Y_3Al_5O_{12}$, а второго – повышенной трещиностойкостью за счет образования эвтектической фазы Al_2O_3 – $Y_3Al_5O_{12}$. Волокна обоих составов также содержат Al_2O_3 и $CaAl_{12}O_{19}$, о назначении которых уже упоминалось. Структура волокон исследовалась на цифровых электронных сканирующих микроскопах Tescan VEGA-II XMU и CamScan MV230 (VEGA TS 5130MM), оснащенных энергодисперсионными рентгеновскими микроанализаторами. Кроме того,

волокна испытывались на прочность по методике работы [4] с измерением предельной деформации волокон при разрушении.

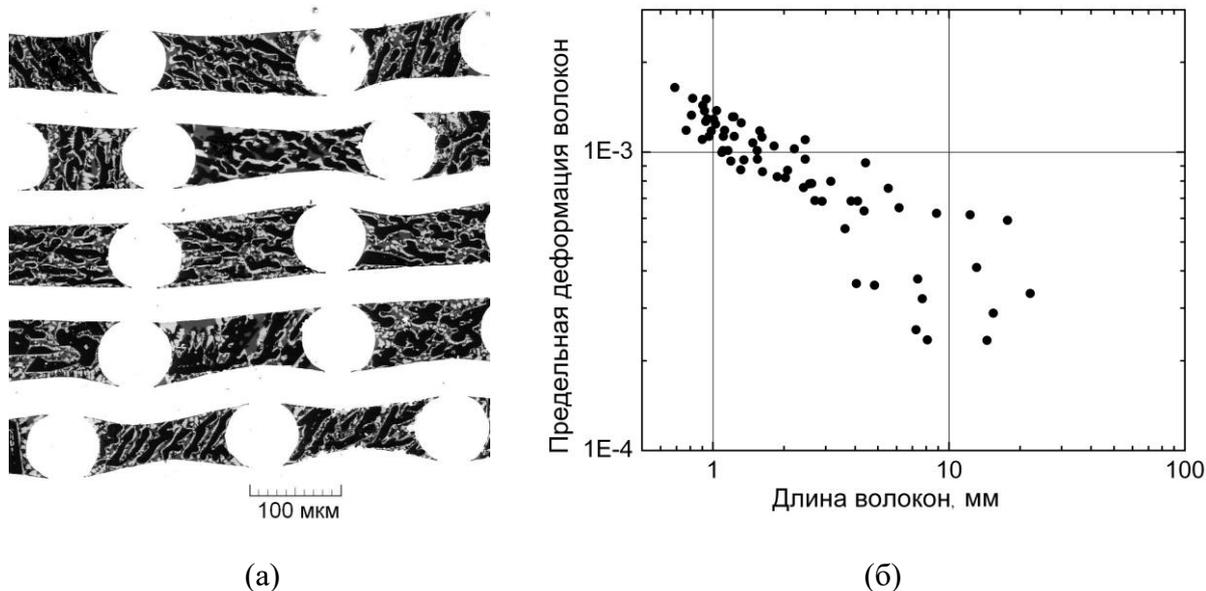


Рис.2. Структуры группы волокон на основе эвтектики ($Al_2O_3 - Y_3Al_5O_{12}$) и $CaAl_{12}O_{19}$ в поперечном сечении (а); (б) – зависимость предельной деформации партии волокон от длины.

На рис. 1а и рис. 2а показаны структуры волокон в поперечных сечениях первого и второго состава соответственно. Черного цвета фазы – с преобладанием Al_2O_3 , серого – с преобладанием $CaAl_{12}O_{19}$, наиболее светлого цвета – с преобладанием $Y_3Al_5O_{12}$. На рис. 1б и рис. 2б показаны результаты испытаний волокон на прочность; значения величин прочности могут быть получены умножением предельной деформации на модуль Юнга материалов волокон, которые, оценочно, составляют около 1000 МПа на длине 1 мм.

Работа выполнена в рамках госзадания и при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136).

Список литературы:

- [1] Mileiko S.T., Kurlov V.N., Kolchin A.A., Kiiko V.M, *J. European Ceramic Society*, **22**, P. 1831-1837 (2002).
- [2] Кийко В.М., Новохатская Н.И., *Перспективные материалы и технологии*, Витебский государственный технологический университет, Витебск (2019).
- [3] Милейко С.Т., Казьмин В.И., *Механика композитных материалов*, **5**, С. 898-908 (1991).
- [4] Kiiko V.M., Mileiko S.T., *Composites Science and Technology*, **59**, PP. 1977-1981 (1999).

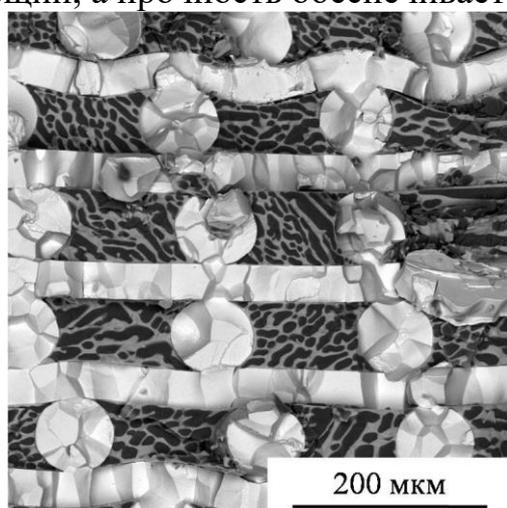
Структура и характеристики разрушения волокнистых и слоистых композитов с хрупкой матрицей

Кийко В.М.

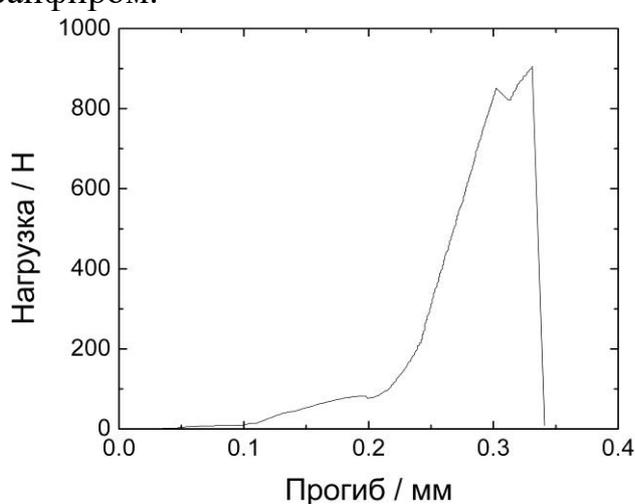
Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл, Россия
e-mail: kiiko@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.75.47.053

Возрастающие требования к потолкам рабочих температур конструкционных материалов объективно привели к использованию в структуре таких материалов соединений с высокими температурами плавления, традиционно не использовавшихся существенным образом (оксиды, интерметаллиды). Эти соединения, как правило, хрупки по своей природе. На решение задачи обеспечения достаточной для конструкционных материалов трещиностойкости волокнистых композитов с хрупкой матрицей и оксидными волокнами (пластинами) направлена настоящая работа. Необходимая трещиностойкость композитных структур с хрупкими матрицами достигается армированием композитов композитными волокнами (пластинами), содержащими гексаалюминаты лантана или кальция, структура которых содержит слабые плоскости, расслоения вдоль которых являются тормозами трещин, а прочность обеспечивается сапфиром.



(а)



(б)

Рис.1. Участок поверхности разрушения волокнистого композита (а) – компоненты черного цвета – сапфир, серого – содержат гексаалюминат лантана, белого – молибденовая матрица; (б) – зависимость прогиба композитного образца с надрезом от нагрузки при испытаниях на трещиностойкость при трехточечном изгибе [1].

Образцы изготавливались методом внутренней кристаллизации [2], в результате которого формировалась композитная структура волокон из расплава

оксидов, и в результате рекристаллизации технически чистый молибден матрицы охрупчивался. На рис. 1 в качестве примера показаны некоторые результаты испытаний на трещиностойкость одного из композитных образцов волокнистой структуры размером $60.0 \times 4.4 \times 15.0$ мм с хрупкой молибденовой матрицей из рекристаллизованного молибдена, армированной оксидными композитными волокнами, свидетельствующие о нехрупком характере разрушения, с критическим коэффициентом интенсивности напряжений $K^* = 15$ МПа·м^{1/2} и величиной эффективной поверхностной энергии $g^* = 1.0 \cdot 10^3$ Дж/м² [3].

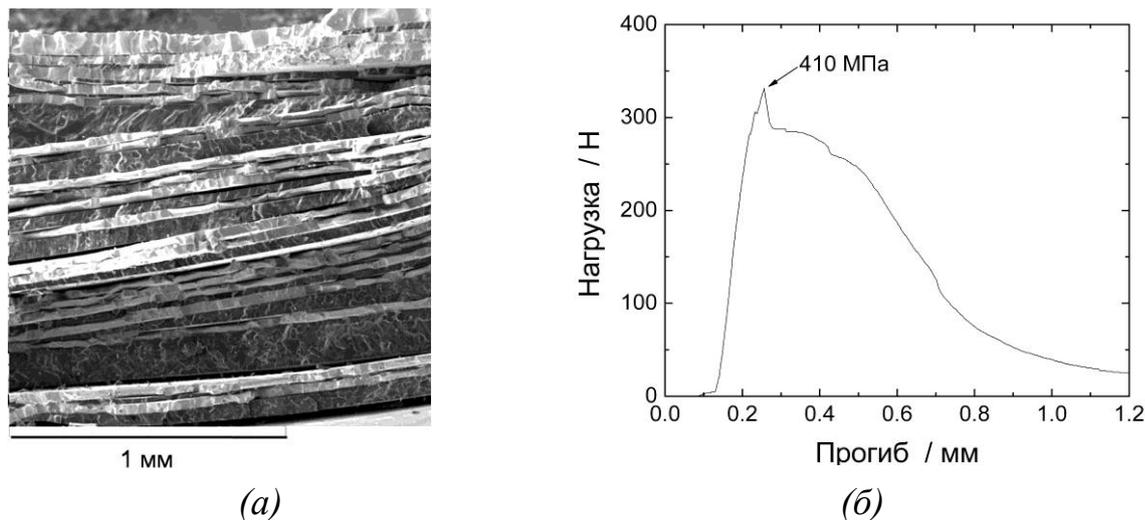


Рис.2. Участок поверхности разрушения слоистого композита (а) – компоненты двуцветных слоев: черного цвета – сапфир, серого – содержат гексаалюминат кальция, слои белого цвета – молибденовая матрица; (б) – зависимость прогиба композитного образца от нагрузки при испытаниях на прочность (значение прочности указано в поле графика).

На рис. 2 в качестве примера показаны некоторые результаты испытаний на трещиностойкость одного из композитных образцов слоистой структуры размером $15.0 \times 5.5 \times 1.8$ мм с хрупкой молибденовой матрицей из рекристаллизованного молибдена, армированной оксидными композитными слоями, свидетельствующие о нехрупком характере разрушения, $g^* = 8.4 \cdot 10^3$ Дж/м².

Работа выполнена в рамках госзадания и при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136).

Список литературы:

- [1] Брок Д., *Основы механики разрушения*, Высшая школа, Москва (1980).
- [2] Милейко С.Т., Казьмин В.И., *Механика композитных материалов*, **5**, С. 898–908 (1991).
- [3] Кийко В.М., *IX Международная конференция "Фазовые превращения и прочность кристаллов"*, 7-11 ноября, Черногловка, Россия, С. 156 (2016).

Структура и прочность композита с матрицей на основе ниобия и молибдена, армированного сапфировыми волокнами

Кийко В.М.¹, Коржов В.П.¹, Курлов В.Н.¹, Некрасов А.Н.²

¹Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл, Россия

²Институт экспериментальной минералогии РАН, г. Черноголовка, Московская обл, Россия

e-mail: kiiko@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.41.34.054

Разработка нацелена на получение высокотемпературного композита со слоистой матрицей, однонаправленно армированного волокнами сапфира Al_2O_3 . Волокна выращивались методом Степанова из расплава оксида алюминия. Структура композита (рис. 1а) формировалась методом диффузионной сварки в вакууме под прессом слоистой заготовки, содержащей в качестве исходных компонентов сапфировые волокна (черные кружки на рисунке), порошок ниобия (на месте широких слоев), молибденовую фольгу (на месте узких слоев), алюминиевую фольгу (на месте черных полосок между ниобием и молибденом). В результате в матрице формировались слои твердых растворов и интерметаллидов систем Mo-Al и Nb-Al, обеспечивающих совместно с волокнами необходимые механические свойства.

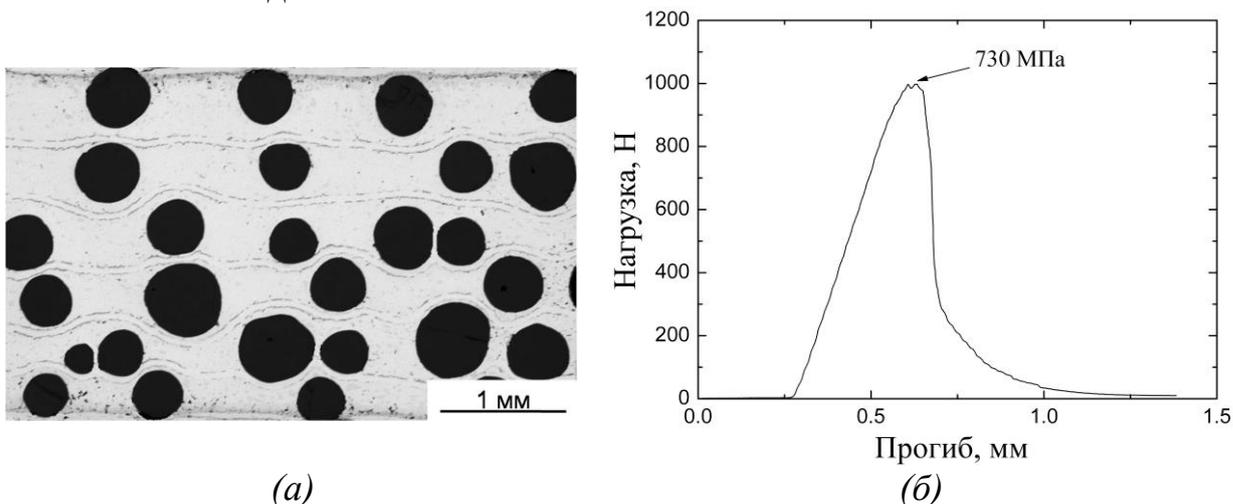


Рис.1. Участок поперечного сечения (шлиф) волокнистого композита (а), (б) – зависимость прогиба композитного образца от нагрузки при испытаниях на прочность (значение прочности указано в поле графика).

На рис. 1б в качестве примера показаны некоторые результаты испытаний одного из композитных образцов размером $4.6 \times 2.5 \times 14.5$ мм, свидетельствующие о нехрупком характере разрушения, с величиной эффективной поверхностной энергии $12 \cdot 10^3$ Дж/м².

Работа выполнена в рамках госзадания и при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 20-03-00296).

Морфология поверхностей разрушения и прочность оксидных волокон, полученных методом Степанова

Кийко В.М.¹, Курлов В.Н.¹, Некрасов А.Н.²,
Пиженин Д.Г.¹, Стрюков Д.О.¹, Шикунев С.Л.¹

¹Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

²Институт экспериментальной минералогии РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: kiiko@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.34.90.055

Волокна выращивались методом Степанова из расплавов различных оксидов. Групповой метод выращивания позволяет существенно увеличить производительность процесса, а дополнительная методика стабилизации выращивания волокон позволяет повысить качество поверхностей волокон, что обеспечивает улучшение их оптических и механических свойств [1, 2]. В работе представлены волокна, нацеленные на применение их в качестве армирующих компонентов жаропрочных композитов: монокристаллические Al_2O_3 , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ и эвтектических составов $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--GdAlO}_3$.

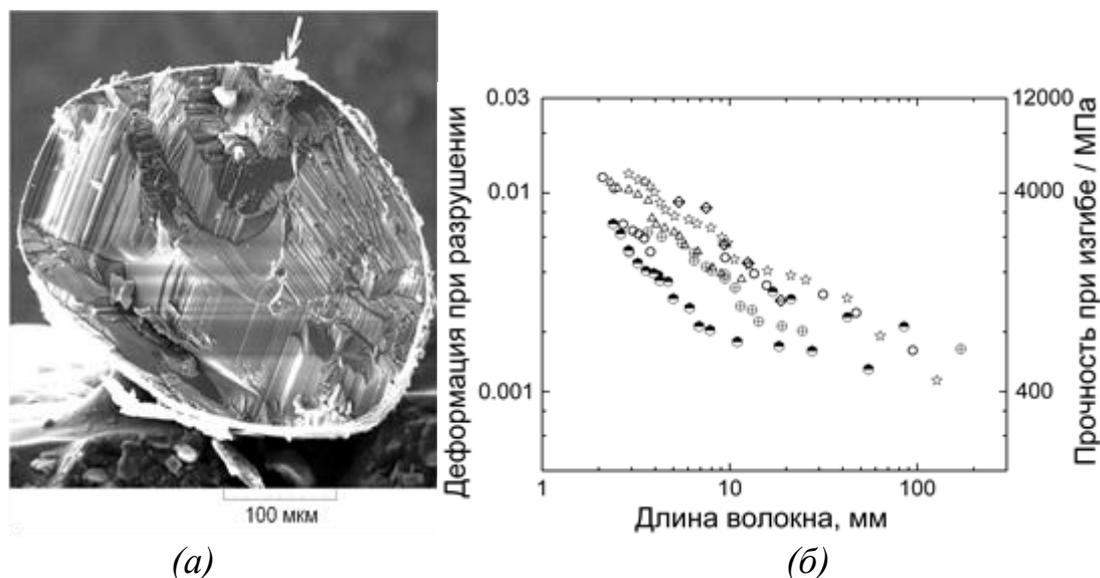


Рис.1. Поверхность разрушения Al_2O_3 волокна в результате его испытания на прочность в условиях изгиба, стрелкой указана точка и направление начала разрушения за счет распространения трещины (а); (б) – зависимость предельной деформации и прочности партии Al_2O_3 волокон от длины.

На рис. 1 в качестве примера показаны некоторые результаты испытаний одной из партий монокристаллических Al_2O_3 волокон. Ступенчатый скол поверхности волокна по кристаллографическим плоскостям, не лежащим перпендикулярно оси волокна, повышает сопротивление распространению трещины как собственно волокна, так и – потенциально – композитного

материала, армированного такими волокнами. Испытания волокон проводились по методике, представленной в работе [3]. Результатом измерений в эксперименте является предельная деформация при разрушении волокна. Учитывая практическую линейность деформационных зависимостей волокон такого типа, прочность волокна может быть определена умножением предельной деформации на модуль Юнга материала волокна. Исследование структуры волокон проводилось на цифровых электронных сканирующих микроскопах Tescan VEGA-II XMU и CamScan MV230 (VEGA TS 5130MM), оснащенных энергодисперсионными рентгеновскими микроанализаторами. Подобные результаты получены и проанализированы на волокнах всех представленных составов.

Работа выполнена в рамках госзадания и при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 20-03-00296).

Список литературы:

- [1] Kurlov V.N., Stryukov D.O., Shikunova I.A., *Journal of Physics*, **673**, Art. 012017 (2016).
- [2] Курлов В.Н., Шикунова И.А., Стрюков Д.О., Патент РФ №2552436 (2015).
- [3] Kiiko V.M., Mileiko S.T., *Composites Science and Technology*, **59**, PP. 1977-1981 (1999).

Исследование взаимосвязи состава и структуры слоев GaN/Si(111) и параметров роста в условиях ЭЦР-плазмы

Ковальчук А.В., Шаповал С.Ю.

*Институт проблем технологии микроэлектроники
и обособленных материалов РАН
e-mail: anatoly-fizmat@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.27.68.056

В условиях ЭЦР-плазмы исследовались зависимости вхождения примесных атомов (H, C) и структуры слоев GaN на Si(111) подложках от отношения потока азота $F(N_2)$ к потоку триметилгаллия $F(TMГ)$, температуры подложки и давления в реакторе. В отличие от MOCVD метод ЭЦР-стимулированной эпитаксии позволяет понизить температуру подложки в процессе роста от 1160°C до 700°C . Поэтому важным, при повышении температуры подложки, является изучение перехода режима роста аморфного слоя GaN в рост поликристаллического слоя GaN. Далее изучение перехода режима роста поликристаллического слоя GaN в рост буферного текстурированного слоя. И, наконец, оптимизация параметров ЭЦР-плазмы с целью достижения наименьшей температуры подложки для вхождения в режим эпитаксии. Другой не менее важной задачей является оптимизация параметров любого из методов с целью достижения минимальных концентраций примесных атомов водорода и углерода в эпитаксиальном слое. Метод проходящей инфракрасной Фурье спектроскопии использовался для экспресс анализа химического состава слоев GaN. Для структурного анализа использовалась просвечивающая электронная микроскопия и метод малоугловой дифракции быстрых электронов.

ИК-Фурье спектры слоев GaN представлены на рисунке 1.

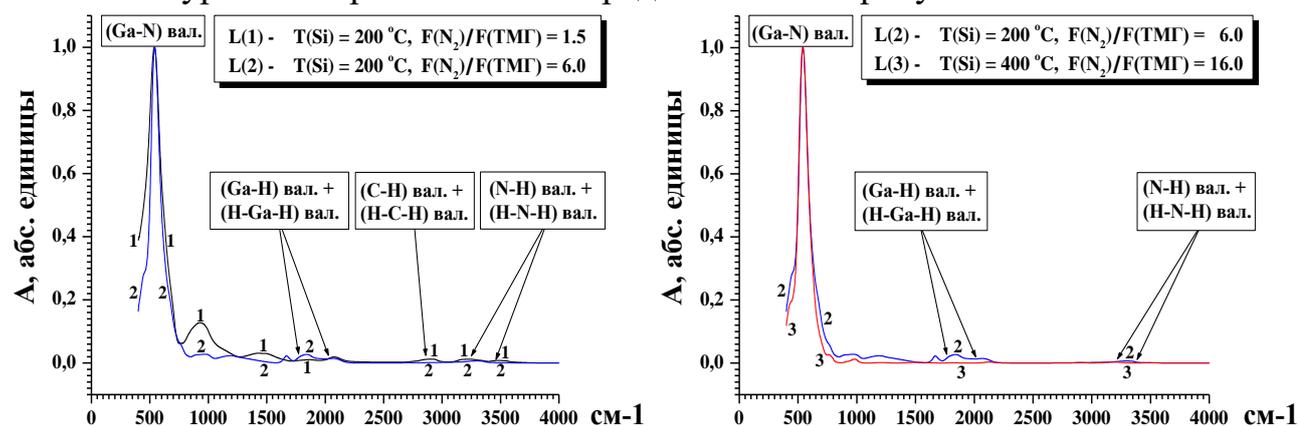


Рис.1. ИК-Фурье спектры слоев GaN, нанесенных в условиях ЭЦР-плазмы при различных температурах кремниевой подложки Si(111) и при различных отношениях потока азота $F(N_2)$ к потоку триметилгаллия $F(TMГ)$. Мощность плазменного разряда $W = 100$ ватт, приложенное к подложке напряжения самосмещения $U_{bias} = -160$ В, давление в реакционной камере $P = 1.0$ мТорр.

Стрелками указаны положения полос симметричных и асимметричных мод валентных колебаний химических связей. В ИК-Фурье спектре L(1) наблюдаются полосы колебаний C-H и H-C-H связей. При увеличении отношения потока азота F(N₂) к потоку триметилгаллия F(TMG) от 1.5 до 6-ти эти полосы исчезающе малы в спектре L(2). Наблюдаемые в ИК-Фурье спектрах L(1), L(2) полосы колебаний Ga-H, H-Ga-H связей и (N-H), H-N-H связей невидимы в ИК-Фурье спектре L(3) при увеличении отношения потока азота F(N₂) к потоку триметилгаллия F(TMG) до 16-ти и увеличении температуры до 400°C. Электронно-микроскопические исследования были проведены с целью определения размеров зерен и политипа кристаллической структуры. Для определения политипа кристаллической структуры на рисунках 2 и 3 были проанализированы электронограммы слоев L(2), L(3), L(4). Электронограмма L(5) была получена методом малоугловой дифракции быстрых электронов.

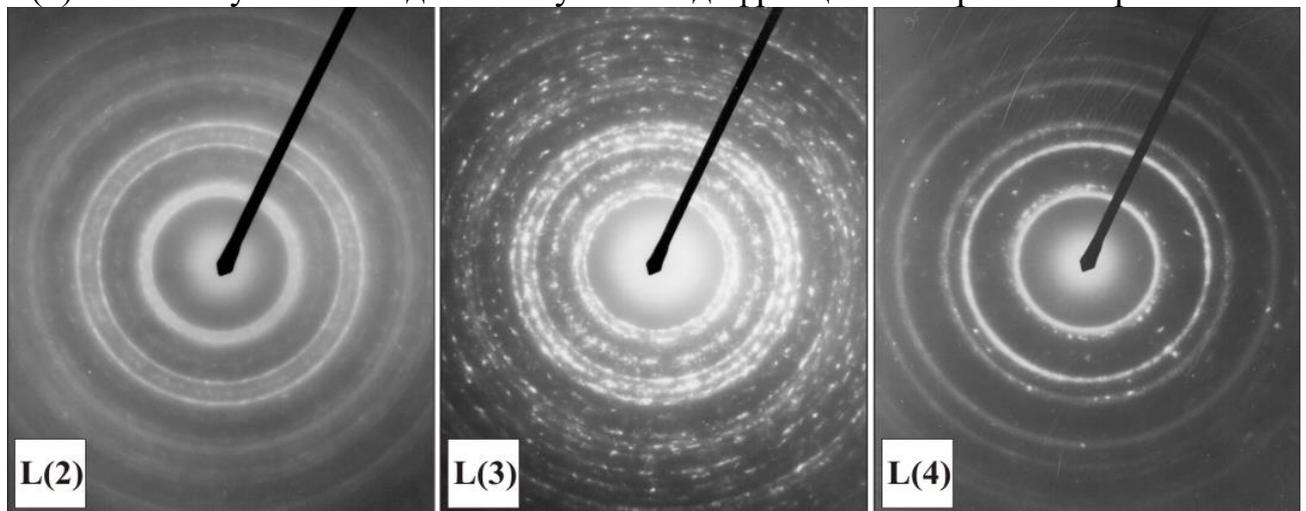


Рис.2. Электронограммы слоев GaN, осажденных в условиях ЭЦР-плазмы.
L(2) - { $U_{bias} = -160$ В, $P = 1.0$ мТорр, $T(Si) = 200^\circ\text{C}$, $F(N_2)/F(TMG) = 6.0$ }
L(3) - { $U_{bias} = -160$ В, $P = 1.0$ мТорр, $T(Si) = 400^\circ\text{C}$, $F(N_2)/F(TMG) = 16.0$ }
L(4) - { $U_{bias} = -120$ В, $P = 1.0$ мТорр, $T(Si) = 400^\circ\text{C}$, $F(N_2)/F(TMG) = 16.0$ }

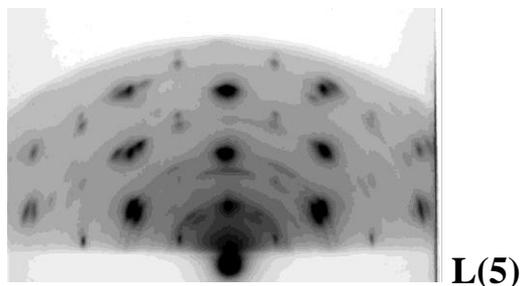


Рис.3. Электронограмма (SAD-patterns) слоя GaN нанесенного в условиях ЭЦР-плазмы: $U_{bias} = -120$ В, $P = 1.76$ мТорр, $T = 660^\circ\text{C}$, $F(N_2)/F(TMG) = 16$.

Данная работа была выполнена в рамках ГОСУДАРСТВЕННОГО ЗАДАНИЯ ИИТМ РАН № 075-00920-20-00.

Локальный рентгено-спектральный анализ матрицы слоистого композита на основе титана с интерметаллидным упрочнением, армированной сапфировыми волокнами

Коржов В.П.¹, Кийко В.М.¹, Некрасов А.Н.²

¹Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка

²Институт минералогии РАН, г. Черноголовка

e-mail: korzhov@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.58.61.057

Исследовали слоистый композит, полученный твердофазным способом, с (Ti–Al)-матрицей, армированной волокнами сапфира, полученными методом Степанова. Такие композиты способны в одном материале совместить матрицу с удовлетворительной трещиностойкостью и оксидные волокна с высокой прочностью и высоким сопротивлением ползучести. Исходные пакеты (рис. 1а) содержали 4 элемента, состоящих из 2-х Al-фольг толщиной 40 и 18 мкм, между которыми располагались сапфировые волокна диаметром ~ 0,3 мм в засыпке из Ti-порошка (рис. 1, б). Снаружи пакеты обкладывались двумя фольгами – Ti-сплава Ti–Cr–Mo–Al и титана. Матрица композита формировалась в процессе диффузионной сварки пакета под давлением ~15 МПа при 1200°C в течение 1 ч. После сварки композит состоял из металлической матрицы и армирующих волокон Al₂O₃. Композит имел структуру с послойным распределением волокон сапфира в слоистой же матрице из Ti-сплава, упрочненной интерметаллическими соединениями с алюминием. Структуры его продольного и поперечного сечения см. на рис. 2.

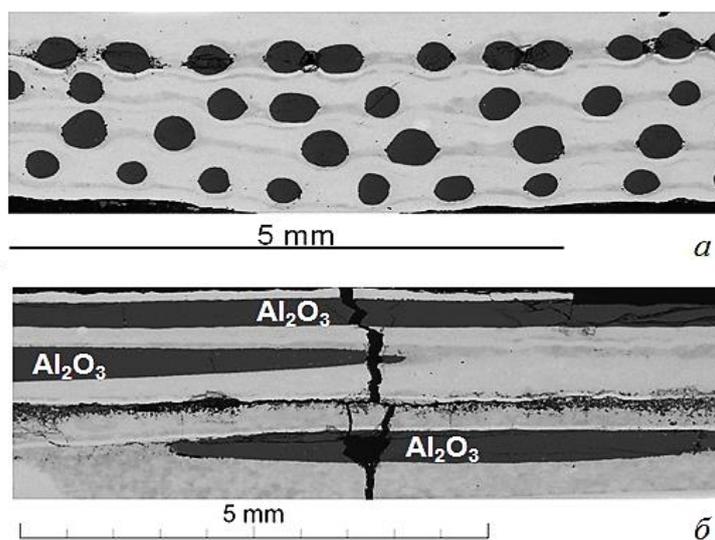
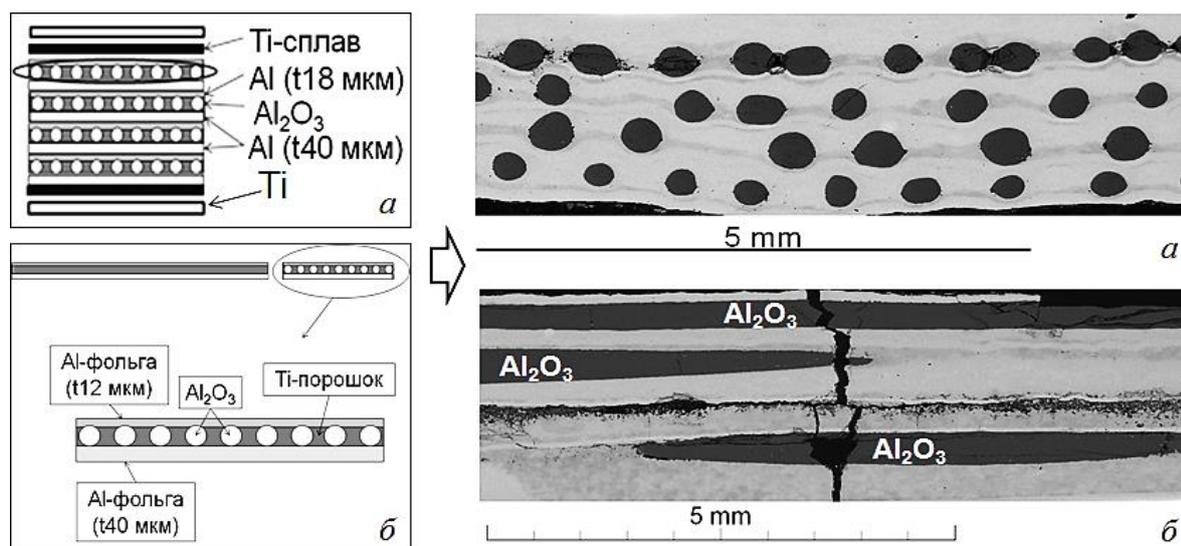


Рис. 1. Схематическое изображение пакета (а) и отдельного элемента (б).

Рис. 2. Макроструктура поперечного (а) и продольного (б) сечения композита.

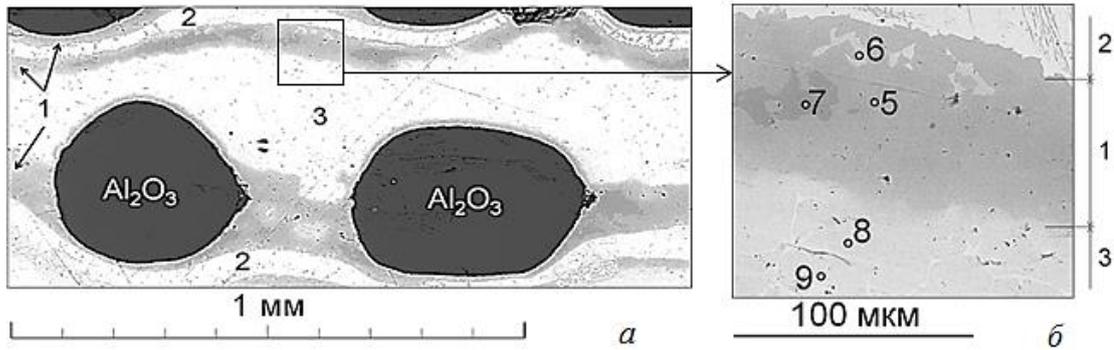
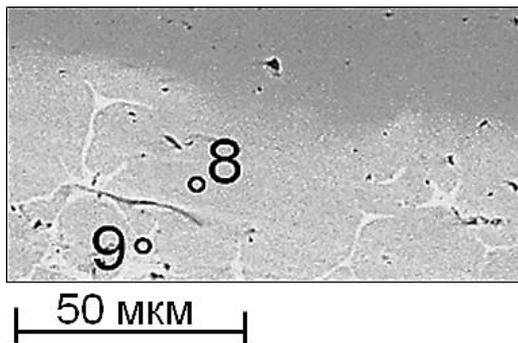


Рис. 3. Микроструктура многослойной матрицы композита (Ti-сплав)/Al₂O₃(а) и ее фрагмент (б) с большим увеличением с точками ЛРС-анализа (5–9).

На рис. 3а видно, что структура матрицы в непосредственном контакте с волокном состояла из двух слоев 1 серого цвета и светлого слоя 2. На удалении от оксидного волокна структура слоя 1 показана при большом увеличении на (рис. 3б), Цифрами 5–9 обозначены точки, в которых проводился локальный рентгено-спектральный анализ. По данным анализа тонкие слои 1 (рис. 3б)– это интерметаллид $(Ti,Me)_3(Al,Si) = (Ti_{2.60}Me_{0.05})_{2.65}(Al_{1.34}Si_{0.01})_{1.35}$, где Me – Cr, Fe и Mo (точка 5 анализа). Светло-серые включения – это также соединение A₃B, но с большим содержанием Cr, Fe и Mo – $(Ti_{2.40}Me_{0.32})_{2.72}(Al_{1.27}Si_{0.01})_{1.28}$ (точка 6). Включения темно-серого цвета идентифицированы, как интерметаллид АВ: $(Ti,Me)(Al,Si) = (Ti_{1.06}Me_{0.01})_{1.07}(Al_{0.93}Si_{0.00})_{0.93}$, где Me – Cr и Fe (точка 7).

Светлый слой 2 идентифицирован как еще один интерметаллид A₃B с большим содержанием Cr, Fe и Mo – $(Ti_{2.65}Me_{0.42})_{3.07}(Al_{0.91}Si_{0.02})_{0.93}$, где Me – Cr, Mo и Fe (см. рис. 3а).



Слой 3 толщиной 0,2–0,3 мм присутствуют 2 твердых раствора: (Ti)1 и (Ti)2 соответственно точки анализа 8 и 9 (Рис. 4). Судя по световому контрасту, в (Ti)2 содержится большое количество наиболее тяжелого из всех металлов молибдена.

Рис. 4. Микроструктура слоя 3 (8 и 9 – точки локального РС-анализа).

Важным результатом этой части исследований является отсутствие пор в структуре композита.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 20-03-00296.

Контраст как свидетельство взаимодействия оксидных волокон с Ti-матрицей в сравнении с матрицей из Nb-сплава в слоисто-волоконных композитах твердофазного изготовления

Коржов В.П., Кийко В.М.

¹Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка
e-mail: korzhov@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.23.81.058

Прочностные характеристики металлических композитов с оксидными волокнами во многом определяются границей волокно-матрица. Знать её состояние для прогнозирования свойств материала необходимо и лучше заранее. В работе исследовали взаимодействие сапфировых волокон, выращенных модифицированным методом Степанова, с металлическими матрицами в слоисто-волоконных композитах из Ti-сплава Ti–Cr–Mo–Al и сплава Nb–Al–C, полученных твердофазным способом.

В композите из Ti-сплава структура матрицы вблизи волокна имела сложное многофазное строение (рис. 1).

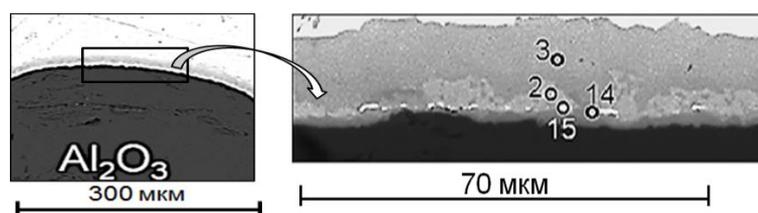


Рис. 1. Микроструктура матрицы Ti-сплава на границе с волокном (2, 3, 14 и 15 – точки локального рентгено-спектрального анализа).

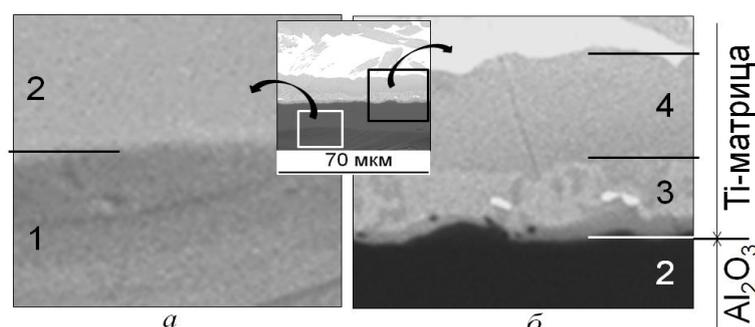


Рис. 2. Микроструктура зона взаимодействия волокна с матрицей композита: 1 и 2 – зоны волокна, 3 – зона взаимодействия волокна с матрицей композита, 4 – слой (Ti–Al)-матрицы, прилегающий к зоне взаимодействия.

Рис. 2 представляет две зоны 1 и 2 волокна (левый фрагмент) и зоны волокна 2 и матрицы 3 и 4 (правый фрагмент). По данным растровой электронной микроскопии слой 3 толщиной ~ 19 мкм, находящийся в контакте с

волокном, имел микроструктуру (рис. 2б), как минимум, из 4 фазовых составляющих. Его фазовый состав представлен таким образом:

- поле серого цвета – это интерметаллическое соединение A_3B на основе Ti с алюминием и кремнием – $(Ti_{2,36}Cr_{0,16}Mo_{0,03})_{2,55}(Al_{0,76}Si_{0,69})_{1,45}$,
- тонкий слой темно-серого цвета в непосредственном контакте с сапфировым волокном имел состав 50,7 %Ti–31,2%Al–10,6%Si–3,55%Er–3,4%Cr–0,5%Mo–0,1 ат.% Fe и соответствовал эвтектической области $Ti_3Al + TiAl$ диаграммы состояний Ti–Al,
- включения черные цвета состава 30,9%Ti–30,6%Al–29,2%O–4,3%Er–3,3%Si–1,4 %Cr–0,3 %Mo– 0,1 ат.%Fe представляют один из низших оксидов титана – Ti_3O или Ti_2O и
- светлые включения, оставшиеся не идентифицированными.

Слой 4с 26,3 %Al и 70,3 ат.%Ti – это интерметаллид Ti_3Al , в котором растворены Si (~1%), Cr (1,8%) и Mo (0,5 ат.%). Сапфировое волокно на границе с матрицей имело две зоны 1 и 2с различными контрастами (рис. 2а), что является явным доказательством взаимодействия сапфира с матрицей композита. Зона 2 потому и стала более светлой, то есть более тяжелой, так как растворила в себе некоторое количество металла матрицы.

Композит с (Nb–Al–C)-матрицей (рис. 3). Для пакетов использовали фольги сплава Nb–0,1 мас.%C толщиной 50 мкм и Al-фольги толщиной 10 мкм.

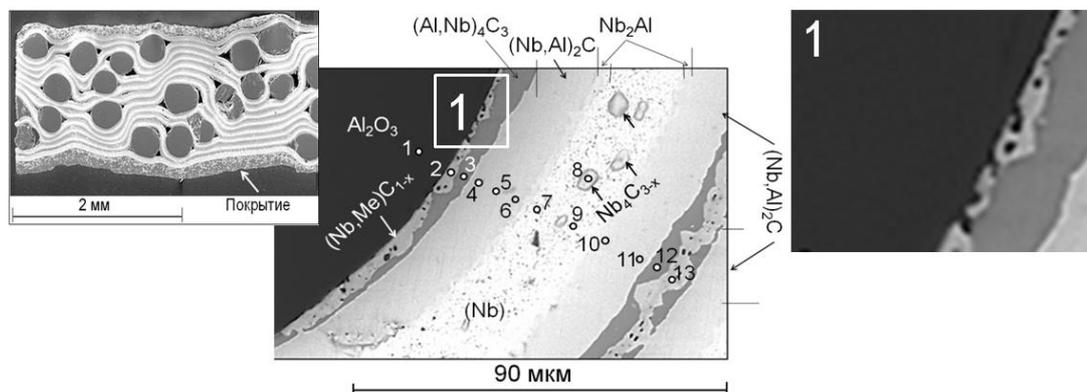


Рис. 3. Микроструктура композита с матрицей из сплава Nb–Al–C. Слева поперечное сечение композита с волокнами и покрытием из смеси порошков Al_2O_3 и ZrO_2 , справа – фрагмент 1 вблизи границы волокно-матрица.

Диффузионная сварка (ДС) пакетов проводилась по режиму: 600°C, 3 ч при давлении 5,6 МПа + 1400°C в течение 30 мин под давлением 10,5 МПа. Судя по фрагменту 1 (рис. 3), можно констатировать полное невзаимодействие сапфировых волокон с матрицей в композите из (Nb–C)-сплава.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 20-03-00296.

Моделирование диффузного рассеяния электронов, нейтронов и рентгеновских лучей поликристаллическими твердыми растворами металлов за счет размерного эффекта.

Скоробогатова Т.В.¹, Крисько О.В.², Силонов В.М.³

¹Московский государственный технический университет гражданской авиации, Москва, Россия
e-mail: tankris@mail.ru

²Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ", Москва, Россия
e-mail: krisko1952@mail.ru

³Московский государственный университет, Москва, Россия
e-mail silonov_v@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.36.62.059

Моделирование диффузного рассеяния электронов, нейтронов и рентгеновских лучей (ДРЭНР) твердыми растворами металлов кубической сингонии за счет размерного эффекта относится к физике конденсированного состояния вещества. Данное математическое моделирование можно применять при экспериментальном определении параметров упорядочения атомов из ДРЭНР или при исключении так называемых паразитных рассеяний, к которым может относиться ДРЭНР за счет искажений идеальной кристаллической решетки в твердых растворах (размерный эффект). В работах Кривоглаза [1] на основе метода флуктуационных волн было показано, что диффузное рассеяние за счет искажения идеальной решетки значительно зависит от параметров ближнего порядка в расположении атомов раствора. Учет размерного эффекта при анализе ДРЭНР диффузного рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ) использовался в работах по исследованию ближнего упорядочения в поликристаллических образцах металлов [2-3]. В этих работах была показана важность учета размерного эффекта при анализе ближнего упорядочения в поликристаллических образцах металлов. Включение функций, характеризующих влияние искажений решетки на ДРРЛ, позволил построить рентгеновскую методику определения параметров ближнего порядка в растворах с крайне близкими атомными номерами [2].

При определении межатомных корреляций по измеренным величинам интенсивности рассеяния ДРЭНР необходим расчет структурных факторов линейного и квадратичного размерных эффектов, связанных со статическими смещениями атомов. Эти функции зависят от параметров ближнего упорядочения и характеристик рассеяния за счет размерного эффекта, которые, в свою очередь, зависят от упругих констант C_{11} , C_{12} , C_{44} кубического кристалла и от изменении объема, приходящегося на атом при изменении концентрации примеси.

Интенсивность ДРЭНР за счет статических смещений атомов в двухкомпонентных твердых растворах с однородным ближним порядком моделируются с помощью выражения

$$J(q) = \sum_i \left(N \varepsilon_i \left[-2 \langle f \rangle \Delta f \left\langle \left(\mathbf{q} \mathbf{A}_Q \right) \sum_{j=1}^{m_i} \cos(\mathbf{Q} \mathbf{R}_i^j) \right\rangle_{\theta, \phi} + \Delta f^2 \left\langle \left(\mathbf{q} \mathbf{A}_Q \right)^2 \sum_{j=1}^{m_i} \cos(\mathbf{Q} \mathbf{R}_i^j) \right\rangle_{\theta, \phi} \right] \right) \quad (5)$$

где R_i^j - радиус j -го атома на i -ой координационной сфере; \mathbf{Q} - вектор рассеяния, приведенный к первой зоне Бриллюэна; \mathbf{q} - вектор рассеяния; $\langle f \rangle = C_A f_A + C_B f_B$ - средний форм-фактор сплава, $\Delta f = f_B - f_A$ - разность атомных форм-факторов металлического раствора, N - число атомов в элементарной ячейке; f_A, f_B - атомные факторы рассеяния компонент сплава; c_A, c_B соответствующие им концентрации.; ε_i - параметры корреляции, $\left\langle \left(\mathbf{q} \mathbf{A}_Q \right) \sum_{j=1}^{m_i} \cos(\mathbf{Q} \mathbf{R}_i^j) \right\rangle_{\theta, \phi}$, $\left\langle \left(\mathbf{q} \mathbf{A}_Q \right)^2 \sum_{j=1}^{m_i} \cos(\mathbf{Q} \mathbf{R}_i^j) \right\rangle_{\theta, \phi}$ - структурные факторы линейного и квадратичного размерных эффектов i -той координационной сферы, которые вычисляются как средние по всем ориентациям вектора \mathbf{q} от суммы по координационной сфере косинусов от $(\mathbf{Q} \mathbf{R}_i^j)$, умноженных соответственно на скалярные произведения $(\mathbf{q} \mathbf{A}_Q)$, \mathbf{A}_Q - фурье-образ статических смещений атомов раствора из положения равновесия. \mathbf{A}_Q зависит от упругих констант C_{11}, C_{12}, C_{44} и производной постоянной решетки от концентрации примеси [1-3]. Упругие константы, которые входят в выражения для модулирующих функций предлагается находить акустическим способом: с помощью измерения продольной V_l и поперечной V_s скоростей звука в исследуемом образце.

В работе показано, что параметр анизотропии слабо влияет на значения диффузного рассеяния в поликристалле. Это позволяет использовать акустические методы измерения скоростей продольной и поперечной волн в поликристаллическом образце твердого раствора металла, для оценки значений упругих констант C_{11}, C_{12}, C_{44} , которые предлагается включать в модельные расчеты ДРЭНР.

Список литературы:

- [1] Krivoglaз M.A. *X-ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals*, Springer, Berlin (1996).
- [2] .А.А. Кацнельсон, В.М. Силонов Т.В., Скоробогатова и О.В.Крисько *Вестник МГУ. Физика*, **n.2**. С.55-59 (2000).
- [3] О.В. Крисько., Т.В. Скоробогатова, и В.М. Силонов *Образовательные ресурсы и технологии*, **Т.1**, С.74–84 (2018).

Нанопроволоки $Fe_{1-x}Ni_x$, полученные методом электрокристаллизации

Кулинич В.И., Лялько Е.С., Рыбалко В.В., Чертова И.А.

*Южнороссийский государственный политехнический университет (НПИ), г. Новочеркасск,
Ростовская обл.*

e-mail: chiniluk51489@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.38.44.060

Наноструктуры ферромагнитных металлов и их сплавов представляют повышенный интерес для широкого практического использования в различных областях науки и техники. При этом магнитные свойства наночастиц зависят не только от кристаллической структуры и фазового состава, но и от их формы, т. е. геометрических характеристик.

В настоящей работе методом электрокристаллизации в двухслойной электрохимической системе получены нитевидные кристаллы $Fe_{1-x}Ni_x$ - нанопроволоки (НП). Рост НП происходит на границе раздела двух несмешивающихся жидкостей: водного раствора солей выделяемых металлов и органического раствора поверхностно активных веществ (ПАВ) [1,2] Изменением молярного соотношения компонентов слоев и плотности катодного тока относительно просто регулировать форму, состав и поперечные размеры частиц в пределах 20-40 нм при длине 50-60 мкм. [3] Изучение структурных особенностей НП в зависимости от условий получения и их влияние на магнитную текстуру проводились при комплексном применении методов просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и мессбауэровской спектроскопии.

Анализ показывает, что для концентраций никеля, меньших концентрации железа ($0,1 \leq x \leq 0,35$) пики интенсивностей рентгеновской дифракции соответствуют плоскостям с индексами Миллера (110), (200), (211), характерными для решетки $\alpha - Fe$. Значит, такие нанопроволоки $Fe_{1-x}Ni_x$ представляют собой объемноцентрированные кубические (ОЦК) структуры. Осевое развитие этих НП, определенное на микроэлектронограммах, принадлежащих одной зоне плоскостей отражения, происходит в кристаллографическом направлении [110] ОЦК решетки $\alpha - Fe$. Значит, оси магнитной и кристаллической анизотропии не совпадают. С увеличением содержания никеля ($0,4 \leq x \leq 0,5$) возрастает интенсивность дифракционных максимумов для плоскостей (111), (200), (220), что соответствует гранецентрированной кубической (ГЦК) структуре. Изменение параметров

элементарной ячейки для обоих типов структур незначительное, в пределах аппаратной погрешности измерений.

Использование режимов импульсного тока приводит к снижению нижней границы концентрации Ni для образования ГЦК фазы. Процесс электроосаждения НП происходит на предельном токе в установившихся режимах градиентов концентраций ионов металлов и ПАВ. При этом отмечена линейная корреляция содержания никеля в растворе и структуре. В импульсном режиме во время паузы происходит выравнивание условий между прикатодным слоем и глубиной раствора.

Магнитная анизотропия в массивах нанопроволок, содержащих две фазы с ОЦК и ГЦК структурами изучалась по мессбауэровским спектрам. Отношение интенсивностей второй и пятой резонансных линий поглощения позволяет оценить величину угла θ между направлением излучения γ – квантов вдоль оси НП и средним по образцу направлением магнитных моментов атомов Fe. Направление легчайшего намагничивания [100] в α – Fe составляет с осью анизотропии формы [110] угол 45° . Экспериментально найденное значение угла $\theta \sim 50^\circ$, зависящее от концентрации Ni, указывает на текстуру магнитных доменов вдоль оси НП. В поперечном сечении образование нескольких доменов с неизбежной протяженной границей между ними невозможно. Области с различными направлениями векторов спонтанного намагничивания могут располагаться только по длине кристалла, и объемная структура с замыкающими доменами не наблюдается.

Список литературы:

- [1] Найден В.В., Кулинич В.И., Бубликов Е.И., Найдена Л.А. Морфологические особенности нитевидных порошков для композиционных материалов, Известия высших учебных заведения Северо-Кавказский регион. Технические науки , с. 20-22 (2005).
- [2] Бубликов Е.И., Коломиец В.В., Кулинич В.И., Лялько Е.С., Найден В.В., Чертова И.А., Особенности морфологии наноразмерных порошков железокобальтового сплава, Известия высших учебных заведения Северо-Кавказский регион. Технические науки , с. 106-106 (2016).
- [3] Kulinich V.I., Bublikov E.I., Rybalko V.V., Lyalko E.S. ELECTROCRYSTALLIZATION OF NANO-DIMENSIONAL METAL ANISOTROPIC POWDERS , Smart Nanocomposite's letters, Volume 3 ,2019,45-47 (2019).

Многослойные пленки графена с разориентированными 0001 монослоями

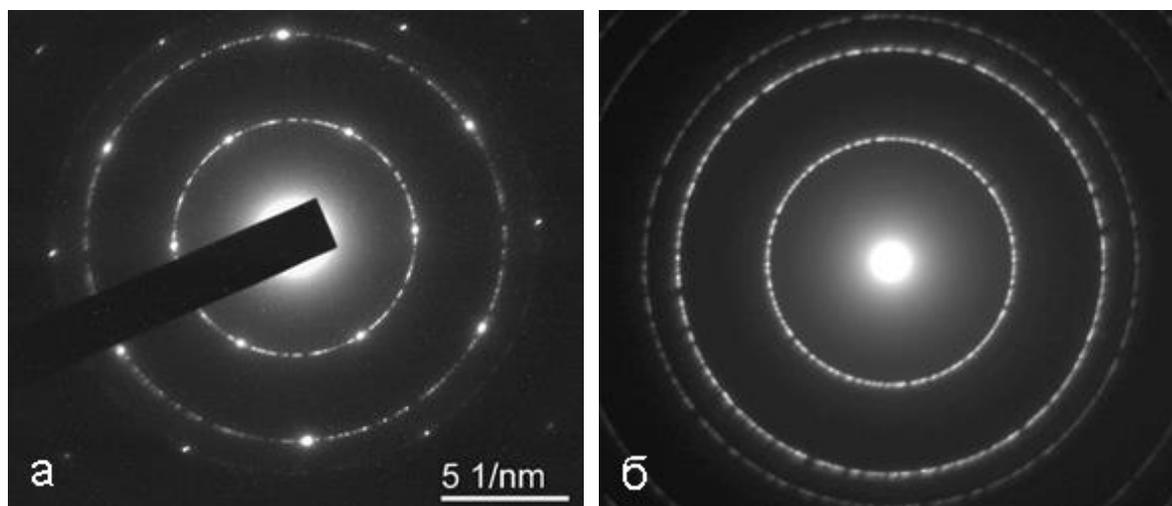
Матвеев В.Н., Кононенко О.В., Волков В.Т., Ходос И.И.

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, ул.Академика Осипьяна д.6, Московская обл., 142432, Россия
e-mail: matveev@iptm.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.25.21.061

Пленки мультислойного графена были получены методом CVD при температурах 800-900°C, используя ацетилен в качестве углеродсодержащего газа. Катализатором служила пленка железа толщиной 100-120 нм, осажденная методом лазерной абляции в высоковакуумной установке через маску из алюминиевой фольги. Подложкой служила пластина окисленного кремния с толщиной окисла ~300 нм. Для исследования в ПЭМ JEM-2100 подложка и катализатор стравливались в растворе $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$.

Выращенные пленки содержат, по нашим оценкам, более 20 графеновых слоев 0001. Отличительной особенностью пленок является отличие порядка чередования графеновых слоев 0001 от “правильного” порядка, соответствующего графиту, о чем свидетельствуют электронограммы (рис. 1). Выявлен различный порядок чередования слоев: 1) преобладание определенной ориентации (рис.1а), 2) квазинепрерывный спектр углов разворота в определенном диапазоне углов без какого-либо преобладания углов разворота (рис.1б), 3) упорядоченное вращение на определенные углы - на 5°, 10°, 20° и 30° и другие углы (рис.1в). Типично наличие многочисленных участков, где малоинтенсивные отражения от, по-видимому, одиночных плоскостей сливаются в сплошные дуги, демонстрирующие, что углы разворота могут различаться менее, чем на 1°. Встречается также участки, характеризующиеся



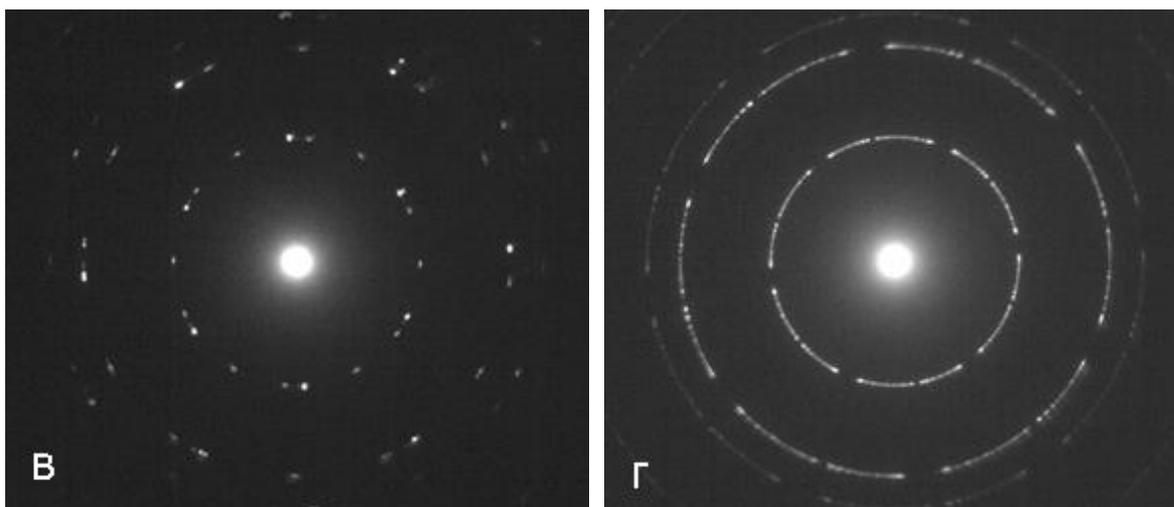


Рис.1а-с. Электронограммы, демонстрирующие различный порядок вращения плоскостей (0001).

полным отсутствием разворота в определенных диапазонах углов (рис.1г). С влиянием угла взаимного разворота графеновых монослоев в многослойных пленках графена на зонную структуру пленок можно связать необычные электронные свойства этих пленок.

В согласии с приведенными электронограммами на изображениях прямого разрешения кристаллической решетки (рис.4) видны области размером 1-2 нм, где разрешаются плоскости решетки. Эти области чередуются с областями примерно такого же размера, где изображения плоскостей не просматриваются. Такие изображения свидетельствуют о нарушении регулярного чередования кристаллических плоскостей.

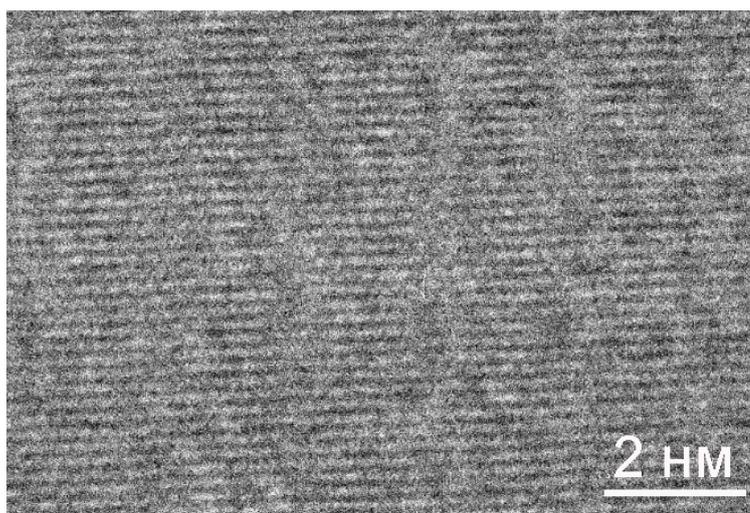


Рис. 2. Изображение кристаллических плоскостей многослойного графена.

Статистическая модель дискретного процесса многократного рассеяния пучка моноэнергетических электронов в слое вещества: приложение к количественным методам РЭМ

Михеев Н.Н.

*Лаборатория Космического материаловедения ИК РАН - филиал Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук»
e-mail: kmikran@spark-mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.62.54.062

Представлены результаты использования принципиально нового подхода [1–4] к описанию дискретных процессов многократного рассеяния моноэнергетического пучка электронов с энергией E_0 от 100 эВ до 1.0 МэВ в слое вещества, который основан на том, что в качестве базового параметра используется среднее число n взаимодействий, испытанных частицами в пленке известной толщины. В модели учтена зависимость параметра n от скорости первичных электронов в образце известного состава и определены величины вероятных потерь энергии электронами пучка при однократном рассеянии. В рамках двухпотоковой модели [5] получены аналитические выражения, описывающие наиболее вероятные E_p и средние E_m энергии электронного пучка, прошедшего пленочную мишень заданной толщины. В отличие от классических работ по физике взаимодействия заряженных частиц с веществом в модели впервые учтена зависимость текущей вероятности однократного рассеяния от числа испытанных частицами взаимодействий при многократном рассеянии. Полученное при этом решение транспортного уравнения $F(E, E_0, E_p)$ более полно и детально определяет статистику дискретного процесса многократного рассеяния и успешно решает проблему страгглинга, то есть расчетов полной ширины на половине максимума ($FWHM$) угловых и энергетических распределений для заряженных частиц. Это позволяет проводить расчеты энергетических и угловых распределений прошедших пленку частиц адекватно экспериментальным спектрам. В результате, для таких широко используемых методов РЭМ как наведенный ток, катодолюминесценция и микроанализ были разработаны: универсальные функции генерации сигналов по глубине $\varphi(z)$ и в плоскости поверхности $\psi(x, y)$ образца [5]. Получена новая функция, описывающая распределение по глубине рентгеновского характеристического излучения $\varphi(\rho z)$, а также разработано новое поколение матричных поправок для количественного рентгеноспектрального микроанализа [6]. Пример достигаемого соответствия модельных расчетов, выполненных с использованием данной статистической модели, с экспериментальными спектрами при решении прямой задачи перспективного метода диагностики

тонкопленочных структур – спектроскопии обратно рассеянных электронов – представлен на Рис. 1.

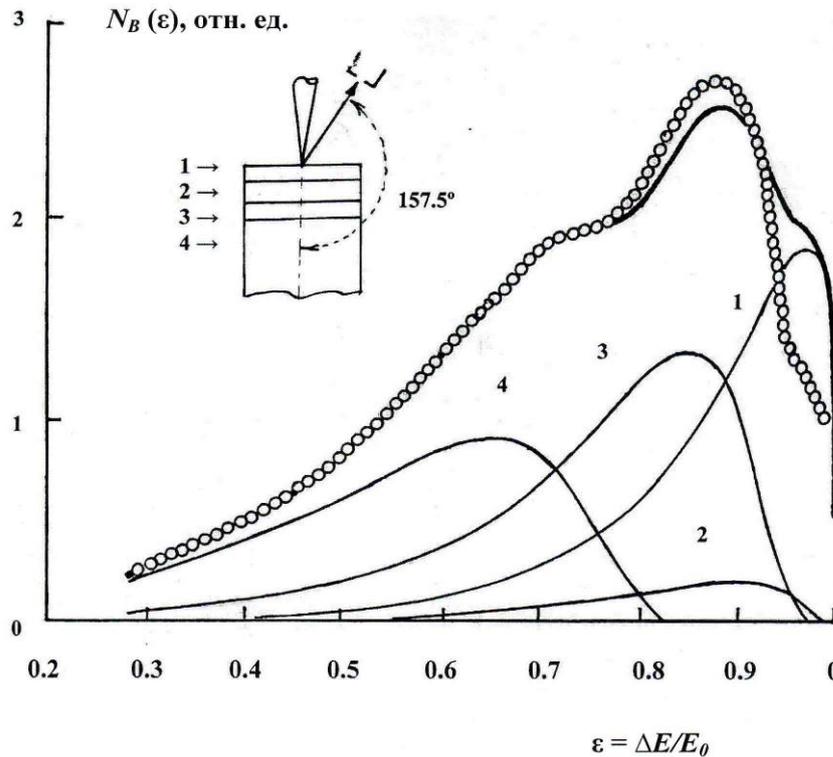


Рис. 1. “Энергетическое распределение обратно рассеянных электронов от тонкопленочной трехслойной структуры:

— Si (0.09 мкм; кривая 1) — Al (0.15 мкм; кривая 2) — Si (0.09 мкм; кривая 3) — Si (подложка; кривая 4);

— — суммарный спектр от всех слоев и подложки;

— ооооо — экспериментальный спектр работы [7].

Энергия первичных электронов – 20 кэВ, угол регистрации ОРЭ – 157.5° .”

Список литературы:

- [1] Н.Н. Михеев // Известия РАН, Серия физическая, Т. 64, № 11, С. 2137 (2000).
- [2] Н.Н. Михеев, М.А. Степович, С.Н. Юдина // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 3, С. 53 (2009).
- [3] Н.Н. Михеев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 4, С. 25 (2010).
- [4] Н.Н. Михеев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 3, С. 77 (2020).
- [5] Н.Н. Михеев, А.С. Колесник // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 12, С. 88 (2017).
- [6] Н.Н. Михеев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 9, С. 66 (2014).
- [7] Н.Н. Дрёмова, С.И. Зайцев, Э.И. Рау, Е.Б. Якимов // Известия РАН, Серия физическая, Т. 57, № 8, С. 9 (1993).

Морфология поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ облученных γ -квантами

Нуриев И.Р.¹, Мехрабова М.А.^{2,3}, Назаров А.М.¹, Гасанов Н.Г.³,
Садыгов Р.М.¹, Кязимова А.И.⁴, Алиев Л.П.³

¹Институт физики им. академика Г.М.Абдуллаева НАН Азербайджана

²Институт Радиационных Проблем НАН Азербайджана

³Бакинский Государственный Университет

⁴Гянджинский Государственный Университет

e-mail: afinnazarov@yahoo.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.61.86.063

Получение радиационнстойких и радиационночувствительных материалов со стабильными электрическими и оптическими характеристиками является одним из актуальных проблем современной физики. При определенных условиях материалы подвергаясь сильнейшему воздействию ионизирующего излучения изменяют свои физические свойства за счет образования в них радиационных дефектов. Поэтому необходимо, чтобы приборы создавались на основе материалов, которые будут отличаться стойкостью к ионизирующей радиации.

В последние десятилетия широко исследуются полумагнитные полупроводники (ПМП). Особый интерес представляют тонкие пленки ПМП $Cd_{1-x}Mn_xSe$, которые являются более новыми материалами и мало изучены. Данная работа посвящена эпитаксиальному росту пленок ПМП $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) и изучению влияния γ -облучения на морфологию ее поверхности. Эпитаксиальные пленки полумагнитных твердых растворов $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) были выращены методом конденсации молекулярных пучков в вакууме 10^{-4} Па, на подложках стекла при температуре подложки 673 К. В качестве источника использовались синтезированные твердые растворы $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$). Толщина пленок составляла 1 мкм.

Морфология поверхности полученных пленок исследовались методом атомно-силовой микроскопии (АСМ Prima Integra). АСМ широко используется для анализа особенностей микроструктуры поверхностей пленок. Этот метод дает возможность определить размеры и форму частиц, а также топографические особенности поверхности. Применением АСМ получены трехмерные изображения поверхности и кривые распределения частиц по размерам (гистограммы), характеризующие структуры поверхности исследуемых эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (рис. 1а,б,с).

Определено, что размеры частиц в пленке $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) составляли 0.6 мкм, а промежутки между частицами составляли 0.5 мкм. Из 3D- изображе-

ний и гистограмм определили распределения высот частиц, максимальное значение которого составляло ~ 0.6 мкм, число частиц составляло 80.

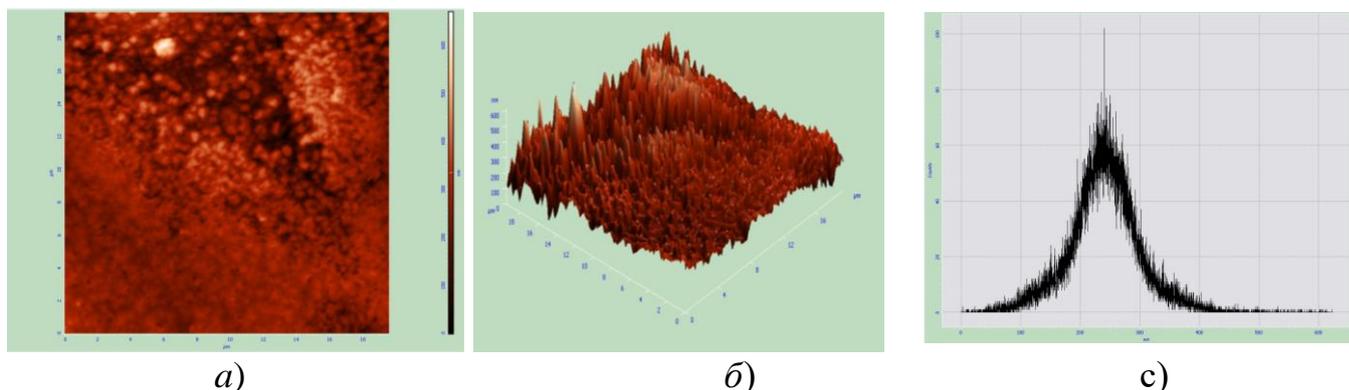


Рис.1. АСМ снимки поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) а) 2D снимок, б) 3D снимок, в) гистограмма

Были сняты 2D, 3D изображения и гистограмма образца (рис.2а,б,с) после облучения γ - квантами при дозе облучения $D_\gamma=20$ кГр, мощности дозы поглощения источника $dD_\gamma/dt=0.40$ Гр/с на установке MRX γ -25 с изотопным источником Co^{60} ($E=1.17$ МэВ и $E=1.33$ МэВ). Установлено, что морфология поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) после облучения меняется, размеры кристалликов уменьшаются.

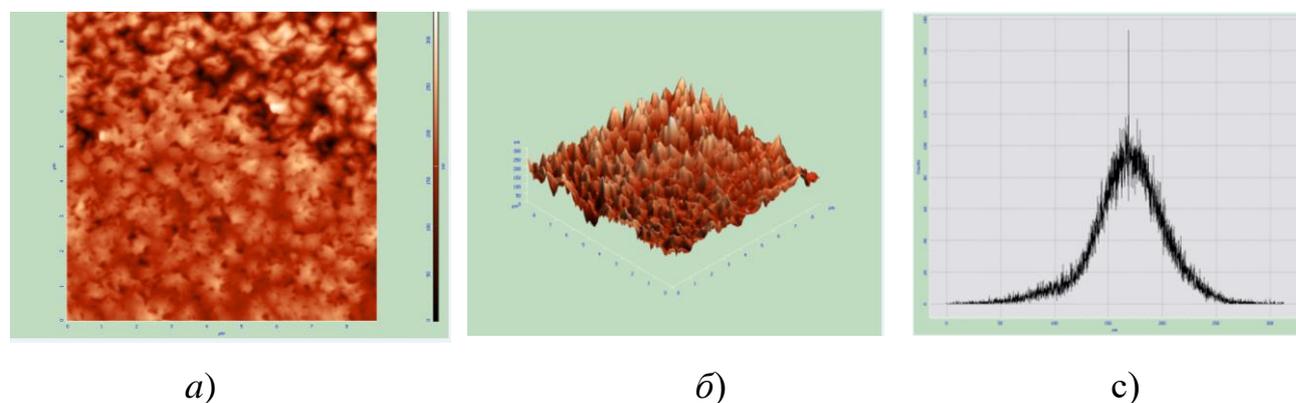


Рис.2. АСМ снимки поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$) облученных γ - квантами а) 2D снимок, б) 3D снимок, в) гистограмма

Данная работа выполнена при финансовой поддержке проекта SOCAR-2019.

Морфология поверхности эпитаксиальных пленок полумагнитных твердых растворов $Cd_{1-x}(Mn,Fe)_xSe$

Нуриев И.Р.¹, Назаров А.М.¹, Мехрабова М.А.², Садыгов Р.М.¹,
Фарзалиев С.С.¹, Фараджев Н.В.³, Гасанов Н.Г.⁴

¹Институт физики им. академика Г.М.Абдуллаева НАН Азербайджана

²Институт Радиационных Проблем НАН Азербайджана

³Бакинский филиал Московского Государственного Университета имени М.В.Ломоносова ⁴Бакинский
Государственный Университет
e-mail: afinnazarov@yahoo.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.63.94.064

Полумагнитные полупроводники содержат в себе свойства обычных и магнитных полупроводников. Наличие в составах полумагнитных полупроводников элементов с магнитными свойствами дает возможность создать на их основе структуры управляемые внешним магнитным полем. Известно, что приборы создаются на поверхности кристаллов и структурные изменения поверхности отражаются на характеристиках приборов.

В настоящей работе рассматривается исследование морфологии поверхности эпитаксиальных пленок полумагнитных твердых растворов $Cd_{1-x}(Mn,Fe)_xSe$ толщиной $0.5 \div 1$ мкм. Эпитаксиальные пленки выращены методом конденсации молекулярных пучков в вакууме 10^{-4} Па. В качестве подложки использованы свежесколотые пластины стекла.

Эпитаксиальные пленки указанных полумагнитных твердых растворов были выращены при температуре подложки 673 К без компенсации и с компенсацией дополнительным источником паров Se в процессе роста. В качестве источника использовались синтезированные твердые растворы $Cd_{1-x}(Mn,Fe)_xSe$ ($x=0.1; 0.15$). Морфология поверхности полученных пленок исследовались методом сканирующей электронной микроскопии (JEOL JSM-7600F Field Emission Scanning Electron Microscope (SEM)).

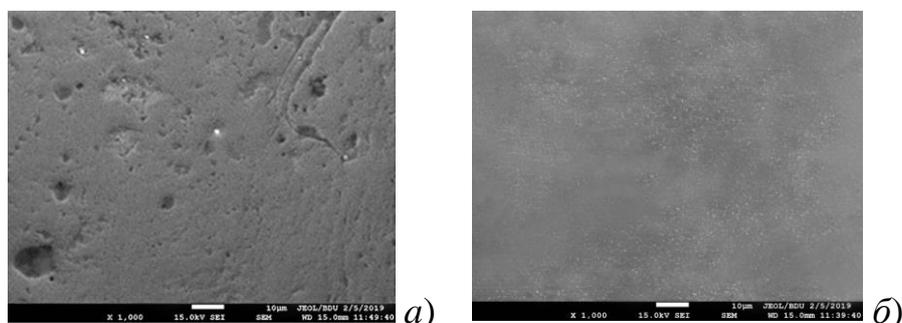


Рис.1. Электронномикроскопические снимки поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.1$): а) без компенсации Se, б) с компенсацией Se.

Показано, что морфология поверхности пленок в зависимости от состава испаряемого материала и условия получения резко отличаются (рис.1а,б).

Как видно их представленных рисунков на поверхности пленок, полученные без компенсации Se, наблюдаются черные скопления (рис.1а), свидетельствующие об образовании продуктов окисления, вследствие частичного разложения испаряемого материала и улетучивания атомов Se в процессе роста, которые исчезают с компенсацией Se (рис.1б).

Установлено, что на поверхности пленок $x=0.15$ количество черных скоплений уменьшаются по сравнению с $x=0.10$, что объясняется с изменением химического состава испаряемого материала и соответственно с уменьшением улетучивания Se (рис.2а,б).

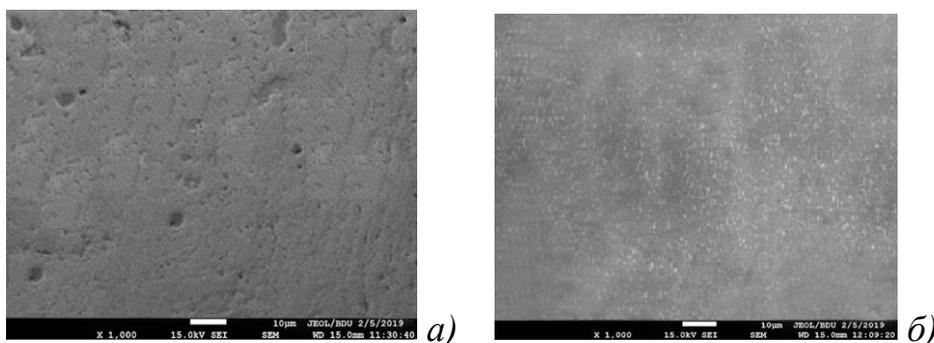


Рис.2. Электронномикроскопические снимки поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Mn_xSe$ ($x=0.15$): а) без компенсации Se, б) с компенсацией Se.

Аналогичные результаты получаются и при исследовании эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Fe_xSe$ ($x=0.1; 0.15$).

Данная работа выполнена при финансовой поддержке проекта SOCAR-2019.

Композитная структура как упрочняющий фактор нержавеющей аустенитной хромоникелевой аддитивной стали

Старицын М.В., Петров С.Н., Кузнецов П.А., Михайлов М.С., Шакиров И.В.

НИИ «Курчатowski институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»,
e-mail: ms_145@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.84.35.065

Аддитивные технологии, как комплекс методов послойного формирования объемных физических объектов, уже успели зарекомендовать себя при производстве уникальных изделий сложной формы.

Разница механических свойств между аддитивными сталями и сталями, приготовленными по традиционной технологии [1-3] побуждает к поиску причин в разнице их структур. Необходимо найти и описать структурные факторы, задающие отличия механических свойств СЛС-сталей от соответствующих сталей, приготовленных по традиционной технологии. В связи с этим, цель настоящей работы заключается в более детальном исследовании образцов аустенитной нержавеющей СЛС-стали 316L для выявления структурных особенностей, приводящих к повышению прочности и снижению ударной вязкости.

В работе представлены результаты исследования структуры образцов, изготовленных селективным лазерным сплавлением (СЛС) порошка нержавеющей аустенитной стали 316L. Показано, что в стали присутствуют равномерно распределенные аморфные сферические частицы средним размером 70 нм, а также крупные включения размером 10 – 50 мкм. Выявленные особенности структуры аддитивной нержавеющей аустенитной стали предположительно являются факторами повышения прочности, а также снижения пластичности и ударной вязкости соответственно.

Данная работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда, грант № 15-19-00210П.

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИИ «Курчатowski институт» - ЦНИИ КМ «Прометей».

Список литературы:

- [1] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong, Z.J. Shen Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting // Materials Science&Engineering A625 (2015) 221–229.
- [2] K. Saeidi, X. Gao, F. Lofaj, L. Kvetková, Z.J. Shen Transformation of Austenite to Duplex Austenite-Ferrite assembly in Annealed Stainless Steel 316L Consolidated by Laser Melting // Journal of Alloys and Compounds <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.01.249>.
- [3] Кузнецов П.А., Зисман А.А., Петров С.Н., Гончаров И.С. Структура и механические свойства стандартных образцов, изготовленных из порошка аустенитной стали 316L методом селективного лазерного сплавления Деформация и разрушение №4, 2016, с. 9 – 13.

Исследование наноструктур различной геометрии методом растровой электронной микроскопии

Панов Д.В.^{2,1*}, **Бондаренко Г.Г.**¹, **Бедин С.А.**^{2,3}, **Долуденко И.М.**^{2,1}, **Загорский Д.Л.**²

¹Национальный исследовательский университет «Высшая Школа Экономики»

²ФНИИ «Кристаллография и фотоника РАН»

³Московский педагогический государственный университет
e-mail: dggamer@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.99.41.066

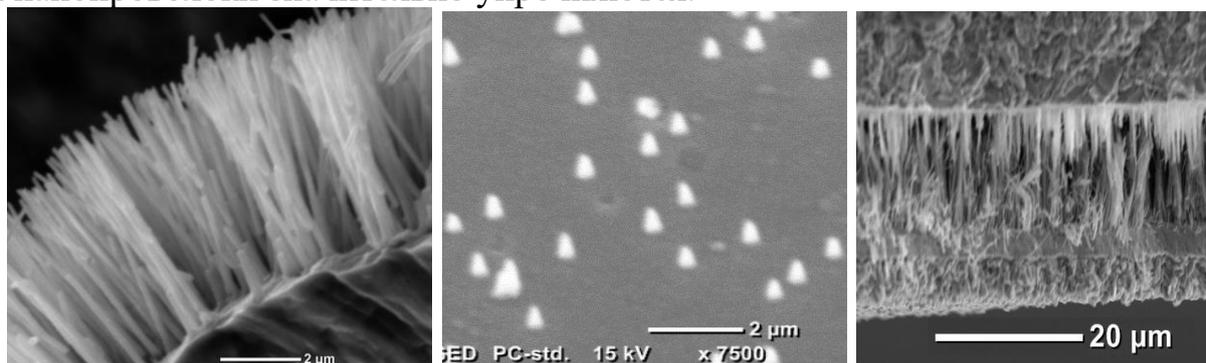
В настоящей работе метод растровой электронной микроскопии применяется для изучения нанопроволок различной геометрии. Эти структуры были получены методом матричного синтеза. [1] Такие структуры - в виде массивов нанопроволок - могут иметь широкие практические применения в силу их специфической формы (малый радиус закругления острия) и/или чрезвычайно высокой относительной площади поверхности. [2,3] Так, предполагается их эффективное применение для катализа. В этом случае задачей является выбор геометрии таких массивов. В работе было получено и исследовано несколько типов наноструктур из меди с различной геометрией. Геометрия образцов определялась выбранной матрицей и условиями роста.

Процесс получения образца состоит из нескольких этапов. Первый этап - это подготовка специального шаблона из ПЭТФ - с порами конической или цилиндрической формы. Отметим, что для получения пор конической формы использовался травильный раствор, в котором к щёлочи добавлялся этиловый спирт. Затем следовала металлизация поверхности этого шаблона для создания проводящего слоя. Последующее заполнение пор проводится методом матричного синтеза: гальванический процесс с использованием электролита следующего состава: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - 200 г/л; H_2SO_4 - 10 г/л при потенциале 0,4 В. После чего удаляется полимерная матрица и образцы исследуются на растровом электронном микроскопе JEOL (JCM-6000plus) в режиме вторичных электронов с ускоряющим напряжением 15 КВ при увеличении 3 и 6 тысячи раз.

В настоящей работе было изготовлено три типа образцов - цилиндрические, конические и т.н. «сэндвичи» (нанопроволоки между двумя основаниями). Полученные СЭМ изображения этих образцов представлены на Рис.1.

При получении конических НП ставилась задача уменьшения радиуса кривизны острия. Было опробовано несколько различных приёмов, в частности - применение добавок в ростовой электролит. Выявлено, что добавление блескообразователя ЦКН-74 в сернокислый раствор для осаждения меди уменьшает образуемые кристаллиты, благодаря чему образуются более острые

«кончики» острий (что важно для их практического применения). Также при этом нанопроволоки значительно упрочняются.



Цилиндрические Конические Сэндвич

Рис. 1. Микрофотографии наноструктур.

Было определено, что форму конических пор в матрице можно направленно изменять: так, понижение температуры и повышение концентрации этилового спирта приводит к получению структур с меньшим аспектным отношением.

В ходе изучения “сэндвичей” обнаружена сложность с удалением полимера из глубины структуры при плотности пор $1,1 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ и недостаточная прочность проволок. Был выбран шаблон с меньшей плотностью пор ($1 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$), что позволило полностью удалить остатки полимера в структуре. Необходимая прочность проволок была достигнута добавлением ЦКН-74.

Работа частично проводилась в рамках Государственного Задания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН), синтез нанопроволок проводился при частичной поддержке грантов РФФИ 18-29-12099 и 18-02-00515. Авторы благодарны проф. П.Ю. Апелю (ОИЯИ, г. Дубна) за предоставление образцов мембран.

Список литературы

[1] D. Zagorskiy, I. Doludenko, A. Shatalov // Specific Features of Obtaining of Metal Nanowires by Replication of Pores of Track Etched Membranes // Key Engineering Materials, Vol. 781, pp. 170-175, 2018.

[2] Загорский Д.Л., Фролов К.В., // Структура и магнитные свойства нанопроволок из металлов группы железа, полученных методом матричного синтеза // Физика твердого тела, Т 60 выпуск 11, С 2075 – 2087, 2018.

[3] M. Rauber, Controlled Synthesis of Nanowire Assemblies by Ion-Track Template Electrodeposition, Dissertation, TU Darmstadt, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Darmstadt, Deutschland, 2012.

Упорядоченные магнитные структуры: формирование сфокусированным ионным пучком и исследование методами просвечивающей электронной микроскопии

Петров Ю.В.¹, Гусев С.А.², Чувилин А.Л.³, Татарский Д.А.², Сапожников М.В.², Михайловский В.Ю.¹

¹Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

²Институт физики микроструктур РАН, Нижний новгород, Россия

³CIC nanoGUNE, San Sebastian, Spain.

e-mail: y.petrov@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.52.28.067

Многослойные структуры из чередующихся тонких пленок кобальта и платины обладают перпендикулярной магнитной анизотропией [1] и являются перспективным материалом для использования в системах энергонезависимой магнитной памяти [2-4]. Ранее уже было показано, что облучение ионами гелия таких многослойных пленок с перпендикулярной магнитной анизотропией уменьшает их коэрцитивность и величину анизотропии, а при достаточно больших флюенсах He^+ (порядка 10^{16} cm^{-2} , в зависимости от соотношения толщин слоев кобальта и платины) периодические структуры Co/Pt могут стать парамагнитными [5,6]. Целью данной работы является исследование возможности управляемого изменения магнитных характеристик многослойных пленок с перпендикулярной магнитной анизотропией путем локального облучения сфокусированным пучком ионов гелия, а также перспективности применения данного способа для создания структур с неоднородным распределением намагниченности.

Многослойные магнитные пленки были изготовлены при помощи магнетронного напыления на подложках монокристаллического кремния со слоем естественного окисла и аморфных мембранах нитрида кремния Si_3N_4 толщиной 50 нм. Толщина слоев кобальта составляла 0.5 нм, а толщина слоев платины 1.0 нм. Выращивались структуры, содержащие три, четыре или пять периодов типа [Co(0.5 нм)/Pt(1.0 нм)]. На полученную периодическую структуру для защиты от окисления сверху дополнительно наносился слой платины толщиной 2–5 нм.

Облучение полученных многослойных структур сфокусированным пучком ионов гелия He^+ с энергией 30 кэВ проводилось с помощью гелиевого сканирующего ионного микроскопа Carl Zeiss ORION, оборудованного системой литографии Nanomaker. Исследования методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и Лоренцевой просвечивающей электронной микроскопии (ЛПЭМ) проводились с помощью микроскопов Carl Zeiss LIBRA 200МС и FEI Titan. Из образцов на кремниевых подложках с помощью двухлучевого микроскопа Carl Zeiss Auriga со сфокусированным пучком ионов

Ga⁺ с энергией 30 кэВ изготавливали образцы для исследования поперечного сечения многослойных структур.

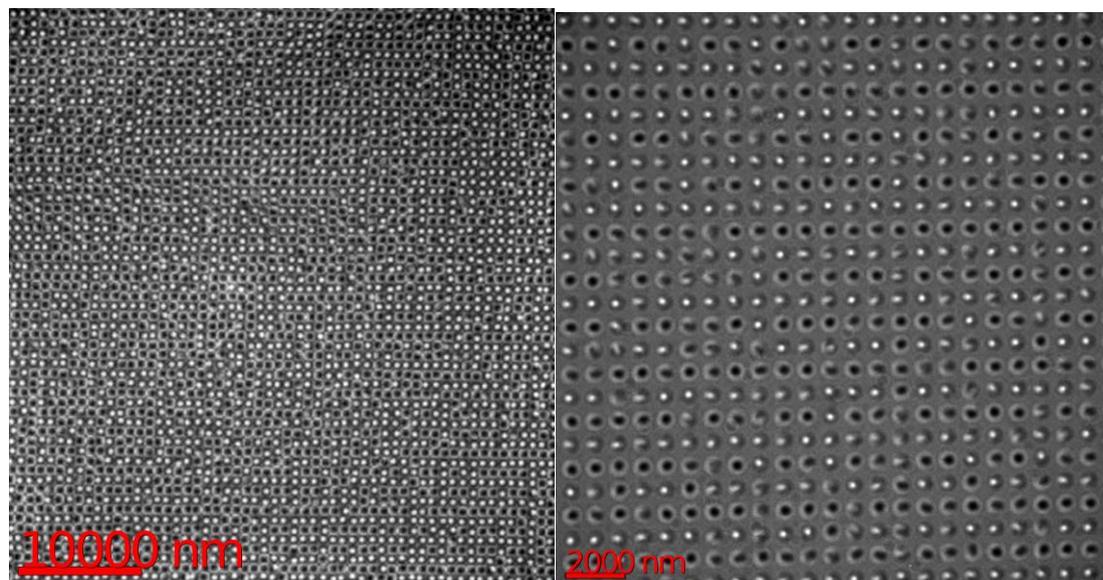


Рис.1. ЛПЭМ-изображения облученных ионами наноструктур с диаметром нм и дозой $4 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$.

Согласно полученным экспериментальным результатам облучение ионами гелия приводит к сильному перемешиванию материала слоев кобальта и платины, тем самым приводя к уменьшению перпендикулярной магнитной анизотропии при малых дозах облучения, или смене ее типа на анизотропию типа “легкая плоскость” при больших дозах облучения. Наблюдаемый контраст может быть объяснен формированием замкнутой в кольцо доменной стенки блоховского типа в модифицированной области.

Данная работа была выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований, проект №18-02-00827. Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ и ЦКП “Физика и технология микро- и наноструктур” ИФМ РАН.

Список литературы:

- [1] P. F. Carcia, *J.Appl.Phys.*, **63**, 5066 (1988)
- [2] G. Ziemys, V. Ahrens, S. Mendisch, et.al., *AIP Advances*, **8**, 056310 (2018)
- [3] M. Becherera, J. Kiermaiera, S. Breitkreutz, et.al., *Solid-State Electronics*, **102**, 46 (2014)
- [4] J. Kiermaier, S. Breitkreutz, I. Eichwald, et.al., *J.Appl.Phys.*, **113**, 17B902-1 (2013),
- [5] C. T. Rettner, S. Anders, J. E. E. Baglin, et.al., *Appl.Phys.Lett.*, **80**, 279 (2002)
- [6] T. Devolder, J. Ferré, C. Chappert, et.al., *Phys.Rev. B*, **64**, 064415 (2001)

Исследование nano-структурированных пленок оксида кремния с примесью цинка для применения в мемристорах

Привезенцев В.В.^{1,2,*}, Сергеев А.П.¹, Иржак Д.В.³, Ковальский В.А.³, Киселев Д.А.⁴,
Терещенко А.Н.⁵

¹ ФГУ ФНЦ “НИИ системных исследований РАН”, Москва 117218, Россия

² Физико-технологический институт им. К.А. Валиева РАН, Москва 117218, Россия

³ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

⁴ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский просп. 4, Москва 119049, Россия

⁵ Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

*corresponding author e-mail: v.privezentsev@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.42.12.068

В настоящее время, оперативная память (ReRAM) на основе металлооксидных материалов, вызванная электрическим полем, изучена во многих материалах (TiO, NiO, HfO₂). Наряду с простой геометрией она показала высокую скорость переключения около нескольких нс, низкий рабочий ток порядка 1нА, масштабируемость в нано-метровой области и потенциальное накопление нескольких битов. В частности, было показано, что тонкие аморфные пленки SiO_x, легированные Zn (так называемые SZO-пленки), могут иметь мемристоры ВАХ в зависимости от концентрации нанокластеров (НК) Zn или ZnO_x и перспективны, благодаря совместимости их технологии с технологией CMOS. В связи с этим возникает необходимость изучения аморфных пленок SiO_x, легированных Zn, и их ВАХ с эффектом гистерезиса.

В данной работе исследуются состав, структура и свойства, а также ВАХ слоистой структуры, состоящей из двух напыленных методом электронно-лучевого испарения аморфных пленок SiO₂ толщиной 50нм, между которыми напылялась пленка Zn с толщиной, которая варьировалась от 10 до 50нм. Затем эти структуры отжигались на воздухе в диапазоне температур от 300 до 450°C с шагом 50°C в течение 30 мин. Использовались различные системы электродов: как сэндвич (золотые), так и планарные (алюминиевые).

Морфология поверхности образцов была исследована с помощью сканирующего туннельного микроскопа MFP-3D Stand Alone в варианте ACM (Asylum Research, США) в полуконтактной моде. Для идентификации полученных фаз использовался рентгено-фазовый анализ (РФА), причем исследования проводились на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER с вращающимся медным анодом. Рентгеновское излучение коллимировалось зеркалом Гебеля и последовательно расположенными вертикальной и горизонтальной щелями Солера. Для подтверждения искомым фаз цинка дополнительно использовались фотолюминесценция (ФЛ) в диапазоне 325-600нм и комбинационное рассеяние (КР) света. Последние спектры были получены с использованием системы SENTERRA, которая включает в себя

модуль Рамановского спектрометра с тройным лазером и модуль конфокального микроскопа. Измерения проводились при облучении структур лазером с длиной волны 532нм с мощностью от 0.2 до 20мВт.

На рис.1 представлены АСМ-изображения поверхности SiO₂. Эти исследования показали, что после напыления (рис.1,а) на поверхности SiO₂ находятся бугорки с размером порядка 100нм (яркие пятна) и поверхностные поры с диаметром порядка 10нм (темные пятна) (общая шероховатость поверхности характеризуется Rms=8нм). После отжига при 400°C поверхность образцов структурируется (рис.1,б): на ней выявляются как крупные светлые пятна с размером порядка 500нм, так и мелкозернистая структура более темного цвета с размером зерна около 100нм, а также отдельные поры (темные черные пятна) того же размера, причем после отжига шероховатость равна Rms=5нм.

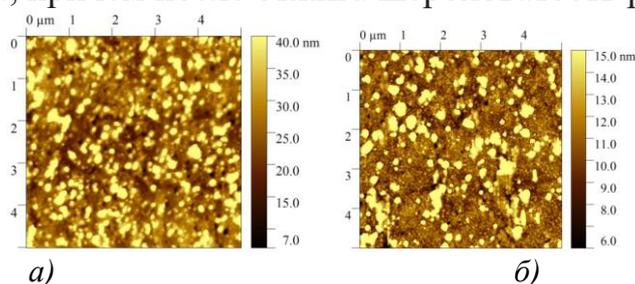


Рис.1. АСМ-изображения: а – после напыления, б – после отжига при 400°C.

На рис.2,а представлены рентгеновские дифрактограммы. Видно, что при изменении температуры отжига появляется пик отражения (111) монокристаллической фазы ZnO с кубической решеткой. На рис. 2,б представлены спектры КР света при различных температурах отжига. Эти спектры типичны для nano-структурированных пленок SiO₂-ZnO с характерными пиками в диапазоне 440-580 1/см, обусловленные комбинацией оптических и акустических фононов.

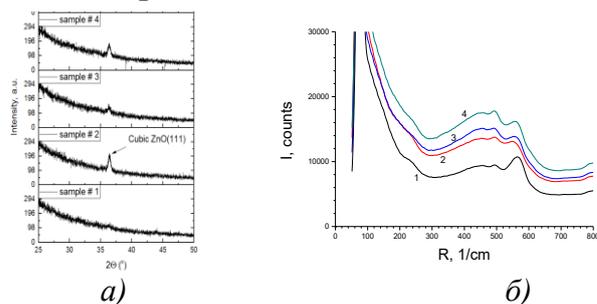


Рис.2 - Дифрактограммы (а) и спектры КР света (б) образцов пленок SiO₂, легированных Zn; #1-после напыления, отжиг при t, °C: #2-300, #3-350, #4-400).

На отожженных пленках с фазой ZnO были получены ВАХ с петлей гистерезиса: как биполярного типа при планарных электродах, так и униполярного типа при сэндвич-электродах.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 19-29-03007-МК, а также в рамках госзадания ФГУ ФНЦ "НИИСИ РАН" № 0065-2019-0003 (АААА-А19-119011590090-2) и частично в рамках бюджета ФТИАН им. К.А. Валиева РАН и госзадания ИФТТ РАН. Работа частично выполнена в ЦКП НИТУ "МИСиС" при поддержке Минобрнауки (проект № 11.9706.2017/7.8).

Исследование переходного слоя на границах раздела кремний-стекловидный диэлектрик-кремний чипа микромеханического тензопреобразователя

Соколов Л.В.

Филиал АО «РПКБ» в городском округе Жуковский.
e-mail: sokolniiao@yandex.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.92.90.069

В настоящее время ещё недостаточно исследованы причины, обуславливающие вносимые и остаточные механические напряжения, как фактор нестабильности, при изготовлении интегральных преобразователей и интегральных микросхем на основе гетерогенных структур.

Анализируются возможные причины образования локальных центров механических напряжений при изготовлении чипа преобразователя, модуля на его основе (рис.1), полученного методом анодного сращивания в электростатическом поле с опорным элементом из стекла Ругех, и при производстве КНИ пластин [1].

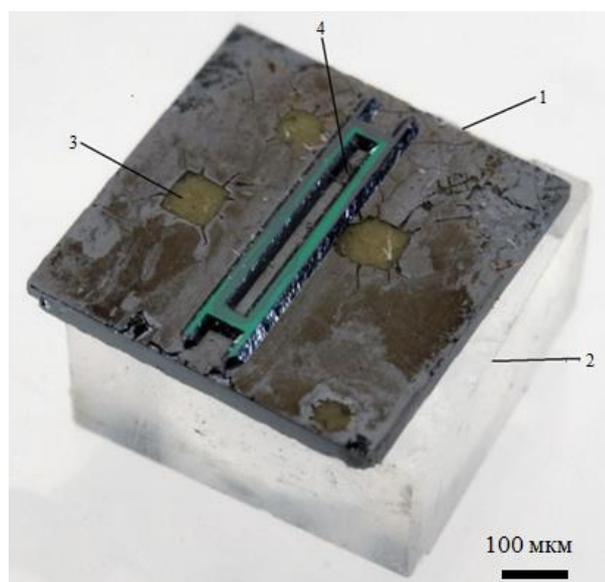


Рис. 1. “Образец модуля с чипом КНИ тензопреобразователя 1 для исследования переходных областей в микро профилированной структуре кремний-стекловидный диэлектрик-кремний чипа КНИ тензо-преобразователя: 2 – стеклянный опорный элемент, 3 – отпечатки торцов электрода после анодного сращивания, 4 – остатки продуктов травления кремния”

Исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа Quanta 200 и атомно-силового микроскопа Veeco.

Объектом исследования являются локальные области переходного слоя на границах раздела монокремний-стекловидный диэлектрик чипа микромеханического преобразователя давления с КНИ гетероструктурой [2]. На полученных изображениях локальных областей видны образования в виде микро размерных кластеров, предположительно кластеров из атомов кремния и кластеров из ионов бария и алюминия, входящих в состав синтезированного стекла $\text{BaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ [1]. Элементный состав подтверждён рентгеновской спектроскопией с использованием сканирующего электронного микроскопа Stereoscan-360, оснащённого рентгеновским спектрометром AN 10000. Возможная причина этих образований – межфазные взаимодействия компонентов стекловидного диэлектрика в паровой фазе с приповерхностным слоем монокристаллического кремния в твердой фазе в процессе термокомпрессионного срачивания кремниевых пластин с помощью тонкого промежуточного слоя стекловидного диэлектрика. Такой механизм образования микро размерных кластеров объясняется с позиции теории межфазных взаимодействий [3]. Локальные структурные изменения в переходном слое, обуславливающие дефекты дислокации в прилегающих кремниевых слоях гетероструктуры, могут стать причиной зарождения локальных центров механических напряжений в кремнии.

Список литературы:

- [1] Н.И. Кошелев, О.Ю. Семёнов, А.И. Ермолаева. *Перспективные материалы*, Volume 6, 21-24 (2000).
- [2] Leonid V. Sokolov. *Proceedings of 9th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments ISMTII-2009*, 29 June – 2 July, S-Petersburg, Russia, V. 3, 248-251 (2009).
- [3] A.Y. Usenko. *219th ECS Meeting Transactions. Advanced Semiconductor-on-Insulator Technology and Related Physics 15. The Electrochemical Society*, Pennington, USA, Volume 35, Issue 5, 111-115 (2011).

Исследование влияния облучения низкоэнергетичным электронным пучком на вольт-фарадные характеристики SiO₂

Куланчиков Ю.О., Вергелес П.С., Якимов Е.Б.

*ИПТМ РАН, г. Черноголовка.
e-mail: kul_ura@mail.ru*

DOI: 10.37795/RSEM.2020.85.72.070

Изолирующие и диэлектрические материалы очень важны в современной полупроводниковой технологии. Исследования процессов накопления электрического заряда в изоляторах при облучении различными типами ионизирующего излучения представляют значительный интерес во многих областях техники и науки, таких как радиационная стойкость полупроводниковых приборов, разработка изоляционных материалов для защиты спутников и космических аппаратов и т.д. Кроме того, феномен накопления электрического заряда может играть важную роль при анализе и характеристизации изолирующих материалов методами растровой электронной микроскопии. Однако, несмотря на многочисленные исследования, динамика зарядки диэлектриков при облучении электронным пучком до сих пор не до конца понятна. В данной работе мы представляем результаты исследования накопления заряда в слое SiO₂ при облучении низкоэнергетическим электронным пучком и релаксации этого заряда методом измерения вольт-фарадных профилей (C–V характеристики).

В исследовании использовались образцы с толщиной слоя SiO₂ порядка 300 нм на подложке Si n-типа, с разными уровнями легирования фосфором: порядка $4.6 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ и $8.5 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$. Второй образец имел тонкий слой Si₃N₄. Облучение проводилось в сканирующем электронном микроскопе JSM-840A при значении энергии первичных электронов 10 кэВ и максимальным токе пучка $3 \times 10^{-9} \text{ А}$. Доза облучения составляла 90 мкКл/см². Также было изучено поведение накопленного заряда при термическом отжиге. Кроме того, было исследовано влияние приложенного при облучении смещения на заряд в слое SiO₂.

Было обнаружено, что при облучении структуры без слоя Si₃N₄ в основном менялся наклон C–V кривых со слабым сдвигом в область положительных напряжений, что говорит о том, что в этом случае происходит накопление небольшого отрицательного заряда на границе раздела Si/SiO₂ (Рис.1а). Для образца со слоем Si₃N₄ эффект от облучения электронным пучком выглядят иначе. На Рис.1б приведены C–V кривые для такой структуры. Во-первых, стоит отметить, что МДП структура со слоем Si₃N₄ более чувствительна к воздействию электронным пучком, так как C–V характеристики меняются при дозах облучения в несколько раз меньше, чем в предыдущем случае. Во-вторых, C–V

характеристики для МДП структуры со слоем Si_3N_4 сильно смещались в область отрицательных напряжений, что свидетельствует о том, что в оксидном слое накапливается эффективный положительный заряд. На некоторых образцах наблюдалось сильное уменьшение минимальной ёмкости, что можно объяснить пассивацией фосфора водородом.

Термический отжиг обоих образцов показал, что при температуре 250°C происходит релаксация всего накопленного заряда и $C-V$ кривые возвращается в исходное положение. Также было установлено, что при температуре 100°C значение минимальной ёмкости восстанавливаются, в то время как вид самой $C-V$ кривой восстановиться не успевал. Это подтверждает наше предположение о пассивации фосфора водородом, так как при данной температуре происходит диссоциация комплексов фосфор-водород.

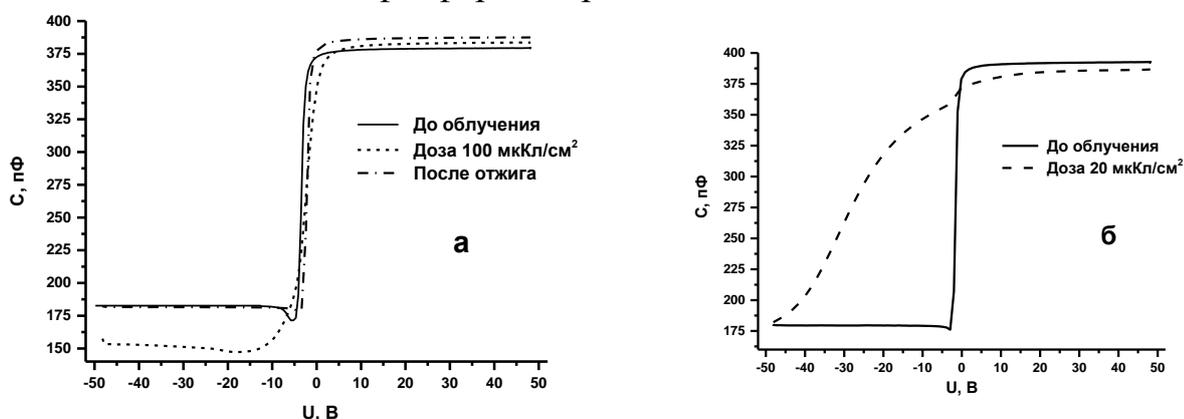


Рис.1. “а – $C-V$ кривые до и после облучения с дозой 90мкКл/см^2 и после отжига для структуры без слоя Si_3N_4 ; б – $C-V$ кривые до и после облучения с дозой 20мкКл/см^2 для структуры со слоем Si_3N_4 ”

Приложение к металлизации напряжения смещения во время облучения электронным пучком приводило к смещению $C-V$ кривых в область отрицательных напряжений, то есть накоплению существенного положительного заряда.

Таким образом, сравнивая полученные результаты влияния облучения электронным пучком на $C-V$ характеристики МДП структур с разным типом проводимости, можно сделать вывод о том, что изменения вольт-фарадных кривых существенным образом зависят от типа подложки. Это порождает дополнительный интерес для продолжения дальнейших исследований радиационно-стимулированных процессов в оксидных слоях.

Определение взаимной ориентации кристаллических решеток GaAs в гетероструктуре GaAs/Ge/GaAs методом дифракции в сходящемся пучке

Сазонов В.А.¹, Приходько А.С.¹, Боргардт Н.И.¹, Кукин В.Н.¹, Казаков И.П.²

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

²Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 ГСП-1 Москва, Ленинский проспект, д.53, Россия

e-mail: vadim_sazonov_92@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.29.24.071

Гетероструктуры (ГС) со слоями GaAs/Ge/GaAs представляют интерес для современных технологий, например для создания нелинейных оптических преобразователей и топологических изоляторов. Использование тонкого слоя Ge между активными слоями GaAs открывает возможность управлять их взаимной ориентацией, как схематически продемонстрировано на рис. 1а и 1б. В представленной на рис. 1б структуре возникает разворот кристаллической решетки GaAs относительно нижележащего слоя GaAs на 90° вокруг [001], который влияет на физические и оптические свойства выращиваемых ГС. В настоящей работе для определения взаимной ориентации решеток GaAs в тонких слоях ГС использовалось сочетание методов просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) и дифракции в сходящемся пучке.

Гетероструктура со слоями GaAs/Ge/GaAs была выращена на подложке GaAs методом молекулярно-пучковой эпитаксии. Исследования проводились на просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200. Образцы поперечного сечения приготавливались на микроскопе Helios Nanolab 650 методом In-Situ Lift-Out с применением фокусированного ионного пучка.

Для определения ориентации решетки GaAs применен анализ дифракционных картин (ДК), полученных методом сходящегося электронного пучка в двухлучевых условиях [1]. На них наблюдается разный характер распределения интенсивностей (узоров) в дифракционных дисках типа 002, который используется для определения разворота решетки GaAs. Однако такой подход трудно реализуем для исследования тонких слоев GaAs.

В настоящей работе для регистрации ДК от тонких слоев предварительно формировалось ПРЭМ изображение. Такое изображение использовалось для выбора областей, от которых регистрировались ДК. Поиск подходящей оси зоны для ориентации образца проводился на основе моделирования ДК GaAs в сходящемся пучке в многоволновом приближении [2] вдоль направлений $[uv0]$ [3], на которых присутствуют диски типа 002. На основе вычислений выявлено, что в оси зоны $[310]$ распределение интенсивности в дисках типа 002 существенно различается. Такое различие использовалось для выявления разворота решеток GaAs.

На рис. 1в представлено ПРЭМ изображение ГС со слоями GaAs/Ge/GaAs в оси зоны [310]. Окружностями обозначены области, от которых регистрировались дифракционные картины, представленные на рис. 1г и 1е. Из анализа дифракционных картин от слоев GaAs, расположенных выше (рис. 1г) и ниже (рис. 1е) слоя Ge, следует, что узор в диске 002 (рис. 1г) при повороте на 180° соответствует узору в диске $00\bar{2}$ (рис. 1е) и наоборот.

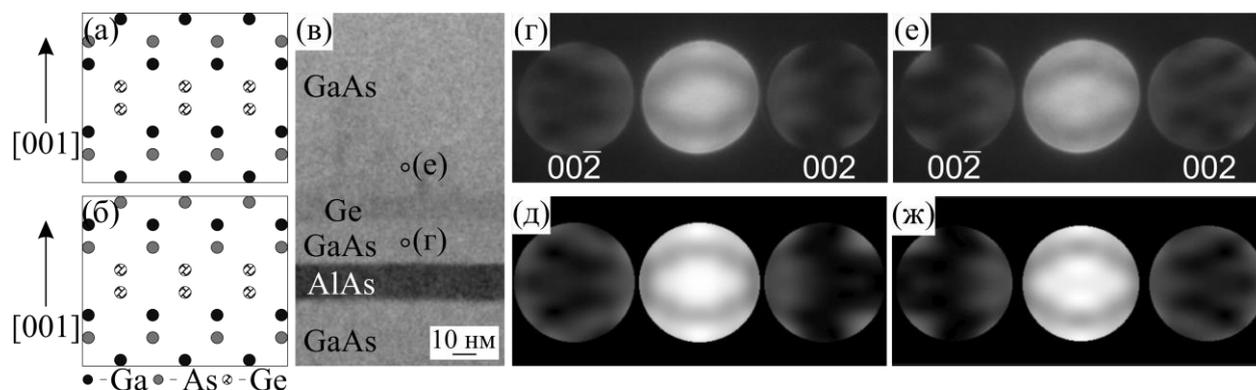


Рис. 1. Две ориентации GaAs на Ge (а, б); ПРЭМ изображение ГС GaAs/Ge/GaAs; экспериментальные (г, е) и расчетные (д, ж) дифракционные картины, соответствующие слою GaAs под слоем Ge (г, д) и над ним (е, ж)

Для интерпретации экспериментальных дифракционных картин было проведено моделирование серии ДК от кристаллов GaAs, развернутых на 90° . Расчет проводился при толщинах образца от 10 нм до 90 нм, длине камеры 465 мм, угле сходимости падающего пучка 4.1 мрад и с учетом возбуждения 24 дифракционных пучков. Представленные на рис. 1г и 1е расчетные дифракционные картины соответствовали толщинам образца 71 и 73 нм, при которых величины R -фактора, являющегося мерой несоответствия расчетных и экспериментальных картин, принимали минимальные значения. Расчетные ДК находились в хорошем соответствии с экспериментальными данными и подтвердили наличие разворота на 90° слоев GaAs, расположенных под слоем Ge и над ним.

Таким образом, в настоящей работе выполнено выявление взаимной ориентации кристаллических решеток GaAs в ГС со слоями GaAs/Ge/GaAs с применением методов ПРЭМ и дифракции в сходящемся пучке.

Список литературы:

- [1] J.M. Zuo, John C.H. Spence. *Electron Microdiffraction*. Springer US, NY (1992).
- [2] P.A. Stadelmann. *Ultramicroscopy*, **21**, 131 (1987).
- [3] K. Tanaka et al. *J. of Appl. Cryst.* **48**, 736 (2015).

Новый метод подготовки поверхности алюминиевых подложек для прямого синтеза углеродных нанотрубок

Митина А.А., Якимов Е.Е., Редькин А.Н.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН

e-mail: alena@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.35.38.072

В настоящее время в научной литературе активно обсуждается тема практического применения углеродных нанотрубок (УНТ). Рассматривается возможность использования УНТ в таких областях как композитные материалы, сорбенты, медицина, альтернативная энергетика и т.д. Углеродные нанотрубки обладают рядом свойств, таких как большая удельная площадь поверхности, электрохимическая стабильность, нетоксичность и экологичность [1]. Благодаря этим свойствам нанотрубок, возникает интерес использования их в качестве активного вещества электродов суперконденсаторов. Электрохимические конденсаторы, также известные как суперконденсаторы, обладают высокой мощностью, длительным сроком службы, малым временем заряда и разряда и большим количеством рабочих циклов без потери ёмкости [2].

В настоящей работе были исследованы емкостные характеристики УНТ, осажденных на алюминиевой фольге, с использованием разработанной нами оригинальной методики. Углеродные нанотрубки осаждались на алюминиевые полоски, предварительно покрытые слоем катализатора. Синтез нанотрубок проводили в кварцевом реакторе проточного типа при атмосферном давлении. Температура синтеза варьировалась от 500 до 600°C. В качестве источника углерода использовался этанол, который впрыскивали в рабочую зону реактора через керамическую трубку. Скорость подачи этанола контролировалась с помощью перестальтического насоса и составляла примерно 5 мл/час. Подготовка подложек с катализатором осуществлялись следующим образом: предварительно очищенные полоски алюминия обрабатывались в ультразвуке в 20% растворе нитрата никеля, а затем выдерживались в растворе нитрата определенное время (от 5 часов до нескольких суток). В результате на поверхности алюминия образовывалась плёнка гидроксида, содержащая никель в своем составе. После нанесения слоя катализатора образцы исследовались методами сканирующей электронной микроскопии (JSM 6490). На рисунке 1а

показано изображение алюминиевой подложки после обработки в растворе нитрата никеля. Был проведён микроанализ (Рис. 1б), который показал наличие на данном образце таких элементов как никель, кислород, углерод и азот. Содержание никеля составляет около 20%.

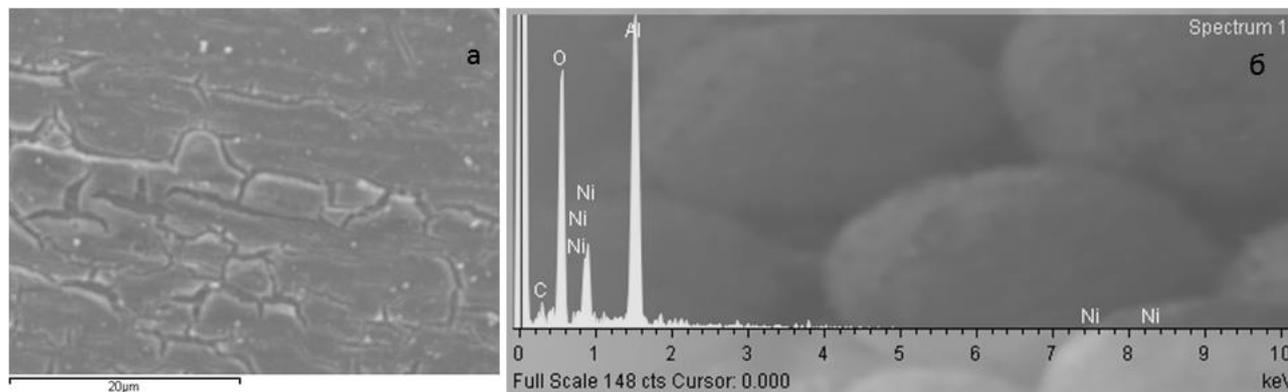


Рис.1. “а. вид подложки после обработки в растворе, б. данные микроанализа”

Исходя из полученных данных, были выбраны оптимальные условия предварительной обработки образцов. Было выявлено, что оптимальное время нахождения в растворе не превышает 20 часов, но при этом должно быть не меньше 10 часов. Данные результаты помогли подобрать условия синтеза нанотрубок, при которых полученные образцы имели хорошие адгезионные свойства, и при этом слой УНТ равномерно покрывал поверхность алюминия. Была исследована возможность использования полученных образцов в качестве электродов суперконденсатора. Были проведены электрохимические исследования с использованием потенциостата-гальваностата AN16-Multichannel Potentiostat P20X8. Измерения проводились в двухэлектродной ячейке, в качестве электролита использовался раствор 0.5 М Na_2SO_4 . Исходя из данных циклической вольтамперометрии и кривых заряда разряда была рассчитана удельная ёмкость УНТ, которая составляла порядка 40 Ф/г, что хорошо коррелирует с литературными данными [3].

Список литературы:

- [1] T.W. Ebbesen, H.J. Lezec, H. Hiura, J.W. Bennett, H.F. Ghaemi, T. Thio, *Nature*, **382**, 54 (1996);
- [2] M. Mirzaeian, Q. Abbas, A. Ogwu, P. Hall, M. Goldin, M. Mirzaeian, H.F. Jirandehi, *Int. J. Hydrogen Energy*, **42**, 25565-25587 (2017);
- [3] L. Hu, J.W. Choi, Y. Yang, S. Jeong, F. La Mantia, L.-F. Cui, Y. Cui, *Proc. Natl. Acad. Sci.*, **106**, 21490–21494 (2009).

Структурные особенности пленок, сформированных из ускоренных ионов C_{60} в атмосфере азота

Пуха В.Е.¹ Ходос И.И.², Кабачков Е.Н.¹

¹ ИПХФ РАН, Черноголовка, Россия

² ИПТМ РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: pve@icp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.63.44.073

Использование ускоренных ионов C_{60} для формирования углеродных тонких пленок и покрытий позволило получить новый сверхтвердый нанокompозитный материал, обладающий рядом уникальных свойств. Пленки с твердостью ~ 50 ГПа и проводимостью на уровне графита [1], обладают высокой биосовместимостью и превосходными трибологическими свойствами [2]. Столь интересный набор свойств обусловлен структурой нанокompозита, который состоит из нанокристаллов графита (НГ) размером 1-2 нм, заключенных в алмазоподобную матрицу. НГ ориентированы базовыми плоскостями нормально к поверхности пленки. Нанокompозитное строение пленок и ориентация НГ приводит к высокому соотношению твердости и модуля Юнга, что важно для трибологических свойств. Добавка азота в углеродные структуры обычно увеличивает это соотношение и улучшает их биосовместимость. С другой стороны, добавка элемента с другой валентностью и образующего химические соединения с углеродом при встраивании в графеновые сетки приводит к их искривлению [3] и формированию новых ковалентных связей [4], которые могут кардинально изменить структуру и свойства композита.

C-Nx пленки сформированы в камере с базовым давлением 10^{-8} Торр на Si и Ti подложках при напуске N_2 до $2 \cdot 10^{-4}$ Торр. Температура подложек T_s варьировалась от 20 до 400°C . В качестве рабочей среды для ионного источника использовались пары фуллерена C_{60} . После выхода из источника пучок фокусировался и ограничивался системой электростатических линз и щелей и направлялся в магнитный спектрометр (индукция магнитного поля 0.9 Тл), где отсекались ионы малых масс и энергий, а также пространственно разделялись ионы C_{60} различного типа (димеры, одно-, двух- и трехзарядные молекулы). Пленки формировались при энергии C_{60} ионов 3, 5 и 10 кэВ. Структура, состав и химические связи покрытий исследовались методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), нанотвердость H и модуль Юнга E определялись наноиндентированием.

Исследование структуры пленок ПЭМ показало, что при $T_s < 200^\circ\text{C}$, структура аморфная. Для $T_s \geq 200^\circ\text{C}$ формируются графитоподобные структуры с искривленными графеновыми плоскостями - фуллереноподобные структуры (ФС). Вблизи $T_s \sim 300^\circ\text{C}$ в ФС матрице наблюдается появление нанокристаллов

нитридной фазы с большими межплоскостными расстояниями (0,527 и 0,366 нм), от которых наблюдается точечная дифракция (рис.1). Увеличение соотношения молекул N₂ и ионов C₆₀, приходящих на подложку, приводит к появлению другой новой фазы с межплоскостными расстояниями, близкими к фазе высокого давления, обнаруженной в работе [4] и распадающейся при давлении ниже 6 ГПа. Эта фаза встроена в ФС и на дифракционной картине дает ряд размытых колец вблизи отражения (0002) графита. Следует отметить, что в этой же области (T_s ~300°C), по данным РФЭС, соотношение sp^2/sp^3 имеет небольшой локальный минимум на фоне общего уменьшения sp^3 компоненты C1s пика с повышением T_s.

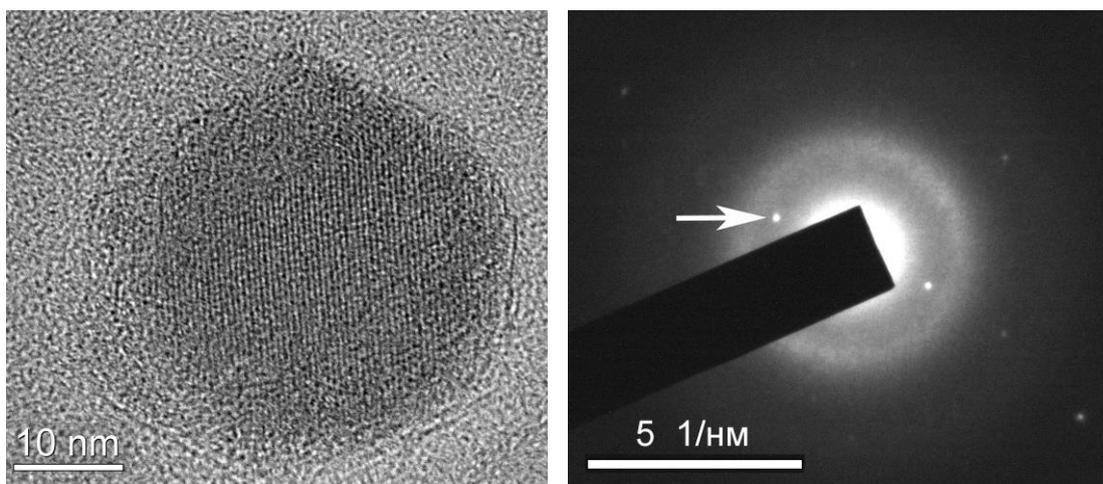


Рис.1. ПЭМ изображение нанокристалла нитридной фазы в ФС матрице (слева). Микродифракция с этого участка пленки (справа). Стрелкой показаны отражения от плоскостей с $d=0,527$ нм.

Нанотвердость полученных пленок во всем интервале T_s превышает 40 ГПа, что позволяет отнести их к алмазоподобным структурам. Особенности механических свойств являются низкие значения модуля Юнга и соответственно высокое отношение Н/Е (до 0,16), что обычно характерно для ФС.

Данное исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и НИФ в рамках научного проекта № 19-58-51016.

- [1] Pukha, V. E., Zubarev, E. N., Drozdov, A. N., Pugachov, A. T., Jeong, S. H., & Nam, S. C.. Journal of Physics D: Applied Physics, 45(33), 335302 (2012).
- [2] O.V Penkov, V.E. Pukha, S.L. Starikova, M. Khadem, V.V. Starikov, M.V. Maleev, D.E. Kim//Biomaterials,102, 130, (2016)
- [3] Terrones H and Terrones M New. J. Phys. 5 126 (2003)
- [4] Stavrou, E., Lobanov, S., Dong, H., Oganov, A. R., Prakapenka, V. B., Konôpková, Z., & Goncharov, A. F. Chemistry of Materials, 28(19), 6925-6933 (2016).

Особенности морфологии частиц аммиачной селитры различных производителей

Садовская Н.В.¹, Авилов А.С.¹, Салько А.Е.²

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН,

²Институт инженерной физики

e-mail: nataly_sadovska@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.44.78.074

Использование аммиачной селитры (АС) в составе промышленных взрывчатых веществ (ПВВ) основано на ее способности к экзотермической реакции с выделением кислорода. АС применяют в качестве основного окислителя в взрывчатых смесях с дизельным топливом (АС–ДТ). Общеизвестным в мировой практике является факт наиболее эффективного использования в составе смесевых ПВВ селитры в виде частиц-гранул с пористой структурой (ПАС). При этом основными показателями, характеризующими АС–ДТ, являются поглощающая способность (пористость в ПАС) и удерживающая способность по отношению к жидкому нефтепродукту, которая связана с адгезионной способностью системы и удельной поверхностью гранул АС. Данные показатели в значительной степени определяются структурой, а также размером и формой частиц ПАС.

Целью данной работы являлось исследование методом растровой электронной микроскопии структуры и морфологии частиц аммиачной селитры различных марок.

Объекты исследования. Селитра аммиачная пористая ТУ 2143-073-05761643-2013 с изменениями 1.2.3 1 сорт. (производство ЕвроХим); селитра аммиачная пористая (для технических целей) ТУ 113-03-00203789-16-93. (производство Акрон); селитра аммиачная водоустойчивая марки ЖВГ Гост14702079 (производство УралХим); селитра аммиачная ГОСТ 2-2013-(сельхоз); селитра ПАС Гранде–Paroisse (Франция).

Приборы и методы. Для получения изображений поверхностей гранул и их сколов использовали сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM-7500 F фирмы JEOL (Япония). Изображения получали в режиме низкоэнергетических вторичных электронов, поскольку этот режим обеспечивал наиболее высокое разрешение (при энергии первичного пучка 5 кэВ разрешение составляло 1 нм). Ввиду того, что объекты являются диэлектриками, на исследуемые поверхности наносили пленку платины толщиной порядка 15 нм (использовали настольную напылительную установку магнетронного типа JEC-3000F).

Результаты. Представленные образцы ПАС по общим характерным морфологическим признакам можно условно разделить на две основные группы. К первой группе относятся АС (производство ЕвроХим; сельхоз),

частицы-гранулы которых сформированы из сросшихся объемных фрагментов размерами от 200 до 500 мкм (рис. 1а). Адгезия между фрагментами слабая, что подтверждается наличием между ними рыхлого промежуточного слоя, размером порядка 10–20 мкм. Большие увеличения (рис. 1б) выявляют наноструктуру материала, из которого состоят фрагменты (“сотоподобная” структура), размер ячейки составляет порядка 100 нм. Вторую группу представляют ПАС (производство Акрон; производство УралХим; производство Гранде–Paroisse, Франция), состоящие из сферических гранул, имеющих пустоты (рис. 1в), расположенные как в центре гранулы (несквозные каверны диаметром порядка 1 мм), так и по периметру боковой поверхности (сквозные и несквозные поры размером от 10 до 300 мкм).

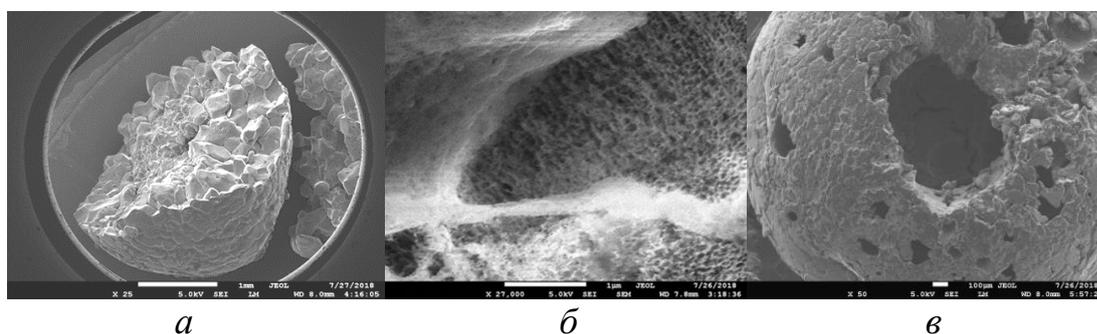


Рис. 1. “РЭМ-изображение ПАС различных марок :а, б – производство ЕвроХим (увеличение $\times 25$, $\times 27000$ соответственно), в – производство Акрон (увеличение $\times 50$)”.

Показано, что морфология и структура частиц-гранул ПАС, принадлежащей условно к первой группе (производство ЕвроХим, сельхоз) способствует получению высоких показателей: впитывающая (поглощающая) способность по отношению дизельному топливу составляет не менее 11%, удерживающая способность – не менее 11.3%. Для ПАС других производителей данные показатели ниже, например, для ПАС производство Акрон (поглощающая способность составляет 8.5%, удерживающая способность – не менее 5%).

Данная работа была поддержана Министерством науки и высшего образования

Исследование полых наночастиц диоксида кремния методами электронной микроскопии

Сухинина Н.С. *, Масалов В.М., Жохов А.А., Зверькова И.И., Емельченко Г.А.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твёрдого тела
Российской академии наук (ИФТТ РАН)

*e-mail: suhinina@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.39.10.075

В последнее время большое внимание уделяется проблеме получения гибридных частиц путём капсулирования активных материалов (магнитных, полупроводниковых, органических и т.п.) в изолирующие оболочки. Одним из перспективных материалов для формирования капсул, например, для адресной доставки лекарств, является диоксид кремния благодаря его термостойкости, химической инертности и биосовместимости. В данной работе представлены результаты электронно-микроскопических исследований структуры полых наночастиц диоксида кремния, перспективных для использования в качестве таких капсул.

Объектами исследования служили полые наночастицы диоксида кремния, полученные темплатным методом. В качестве шаблона использовали предварительно полученные монодисперсные частицы полиметилметакрилата (ПММА) диаметром ~ 440 нм. Синтез кремнезёмной оболочки проводили двумя способами: гидролизом винилтриметоксисилана (ВТМС) в присутствии аммиака (тип I) и гидролизом ВТМС в присутствии L-аргинина (тип II). Полученные частицы «ядро-оболочка» первого типа имели диаметр 465 нм, второго типа – 483 нм (рис. 1).

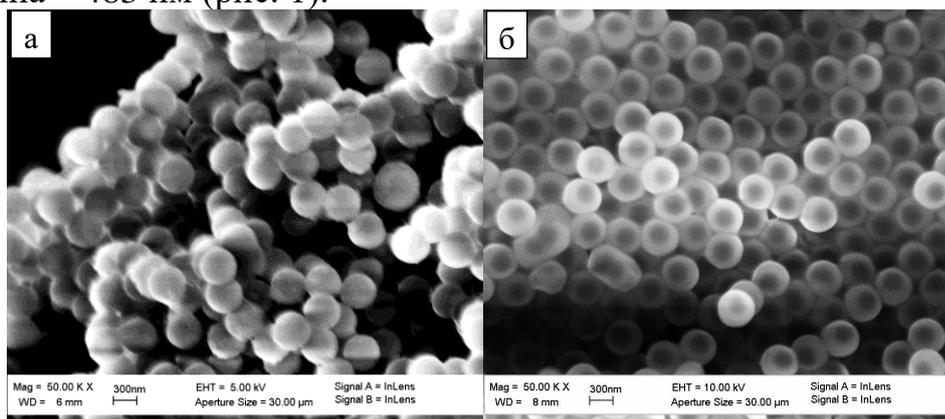


Рис.1. СЭМ-изображения частиц «ядро-оболочка», полученных в присутствии аммиака (а) и в присутствии L-аргинина (б)

В дальнейшем образцы подвергали температурной обработке для удаления «ядер» ПММА и образования полых частиц диоксида кремния и уплотнения кремнезёмной оболочки. В процессе отжига отбирали пробы и изучали

изменение диаметра частиц с помощью сканирующего электронного микроскопа (рис. 2).

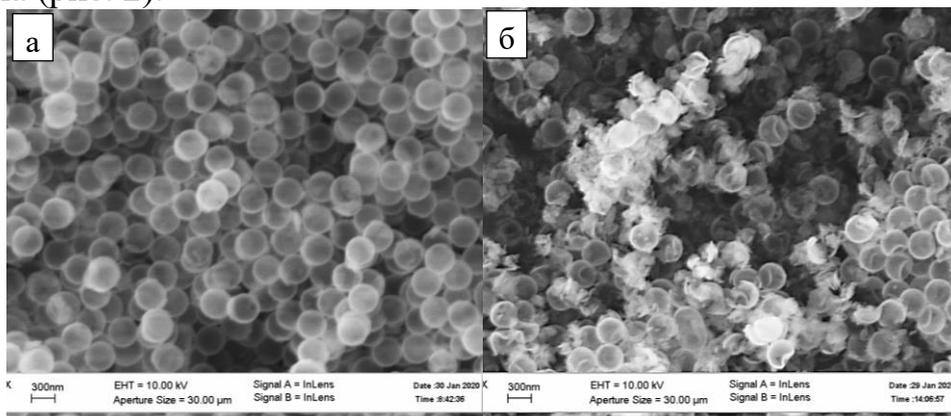


Рис.2. СЭМ-изображения полых наночастиц диоксида кремния, полученных в присутствии аммиака (а) и в присутствии L-аргинина (б). Отжиг 500 °С 14 ч

На рис. 3а показано изменение диаметра частиц типа I от температуры отжига. Как видно из графика (рис. 3б) частицы обоих типов в ходе отжига при 500 °С достигают своих окончательных размеров примерно за 2 часа. При этом общее изменение диаметра наночастиц типа II составило 27%, что значительно больше, чем у частиц типа I (16%). Также из рис. 2 видно, что частицы типа II при отжиге больше подвержены деформации.

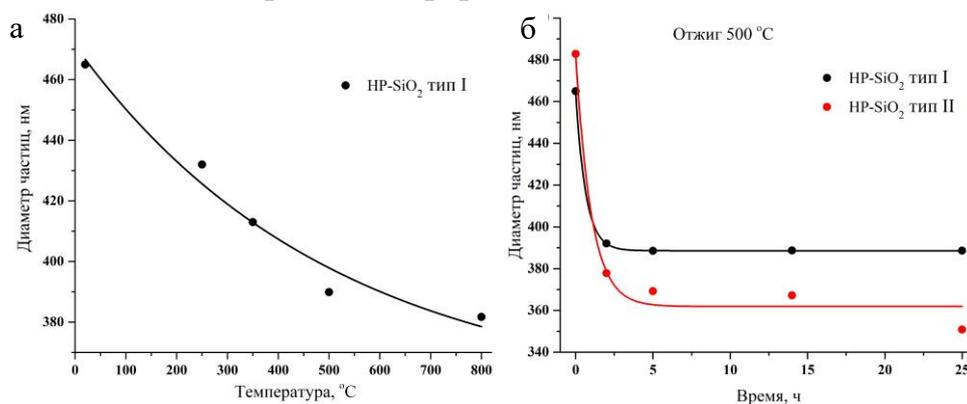


Рис.3. Изменение диаметра полых частиц диоксида кремния от температуры (а) и времени отжига (б)

На основе электронно-микроскопических исследований и данных рентгенофазового анализа показано, что структура и свойства полученных полых наночастиц диоксида кремния зависят от условий синтеза.

Данная работа выполнена в рамках госзадания с использованием сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 50 VP ЦКП ИФТТ РАН.

Анализ влияния биокоррозионных поражений на механические характеристики алюминиевых сплавов, применительно к условиям эксплуатации российского сегмента МКС

Алехова Т.А.¹, Новожилова Т.Ю.¹, Загустина Н.А.², Башаров А.А.³,
Плотников А.Д.³

¹МГУ им. М.В. Ломоносова, биологический факультет,

²ФИЦ «Биотехнологи» РАН.

³Ракетно-космическая корпорация «Энергия» им. С.П. Королёва
altanj@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.84.68.076

Представлены результаты ускоренных биокоррозионных испытаний образцов двух алюминиевых сплавов, используемых при изготовлении космических пилотируемых объектов, с применением грибов-деструкторов, ранее выделенных с поверхностей на Российском сегменте МКС. Грибы-деструкторы, которыми обрастают конструкционные поверхности, вызывают их биокоррозионное повреждение [1]. Разработана методика экспериментальных исследований образцов из алюминиевых сплавов АМгб и 1570С с биокоррозионными поражениями, которая позволяет оценить возможные риски, возникающие или могущие возникнуть при внештатных ситуациях, и новые результаты испытаний этих сплавов на механическую прочность и циклическую усталость. Приводится оценка степени биокоррозионного поражения образцов различными методами, в том числе с использованием оптического микроскопа, сканирующей лазерной микроскопии, металлографических исследований, сканирующей электронной микроскопии и томографирования рентгеновским томографом [2].

В настоящей работе изучались биокоррозионные повреждения поверхности образцов сплавов больших размеров (1 - 12 см) для последующей оценки их влияния на прочностные характеристики сплавов, проведения механических испытаний на растяжение и усталостных испытаний. Оценка степени биокоррозионного поражения образцов алюминиевых сплавов металлографическим методом проводилась на оптическом микроскопе Zeiss AXIO и электронном микроскопе Zeiss EVO MA10.

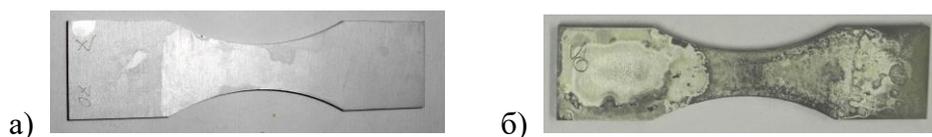


Рис. 1 - Внешний вид образцов алюминиевых сплавов:
а) без обработки спорами грибов (исходный образец); б) после биокоррозионного воздействия;

Оценку степени биокоррозионного поражения образцов алюминиевых

сплавов АМгб и 1570С методом сканирующей лазерной микроскопии проводили для каждого дефекта, образовавшегося в результате заражения грибами-деструкторами, с использованием лазерного сканирующего конфокального микроскопа OLYMPUS LEXT OLS 4000.

Образцы сплава АМгб имеют локальные «извилистые» «вздутые» поражения в количестве 3 - 8 штук на один образец, имеющие длину до 5 мм, и глубину до 300 мкм (Рис. 2),

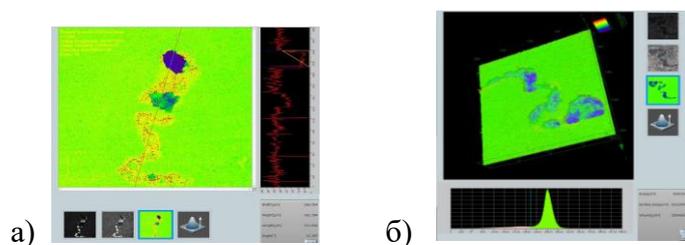


Рис. 2 - Измерение глубины биокоррозионных поражений сплава АМгб: а) глубина, мкм; б) объем, мкм.

Образцы сплава 1570С имеют не глубокие поражения (~ 2 мкм), в виде «канавок», «ямочек» относительно равномерно распределенных по всей поверхности (Рис. 3),

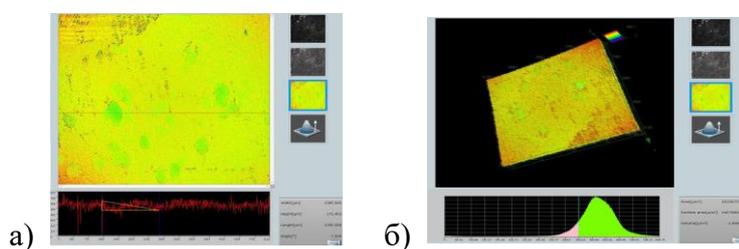


Рис. 3 - Измерение биокоррозионных поражений сплава 1570С: а) глубина, мкм; б) объем, мкм.

Процессы биокоррозии из-за их специфики, а именно — повышенной неоднородности действия микроорганизмов на поверхность материала, большой зависимости от вида микроорганизма, их физиолого- биохимических особенностей, изучены недостаточно. Остается актуальной задача разработки современных методов не только быстрой и достоверной оценки характера и глубины возникших повреждений, но и их влияния на механические характеристики сплавов и оценки его опасности для дальнейшей эксплуатации.

Список литературы:

- [1] Т. Алехова, Н. Загустина, А. Плотников. Поверхность. 2007б. № 7. С. 53–59.
- [2] Т. Алехова, В. Шкловер, Н. Загустина, А. Васильев . Поверхность, 2010 №9. С. 42-49

Винтовые супердислокации в нитевидных нанокристаллах нитрида галлия

Кириленко Д.А.¹, Котляр К.П.², Рожавская М.М.¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, Санкт-Петербург

² Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж.И. Алфёрова Российской академии наук, Санкт-Петербург
e-mail: Demid.Kirilenko@mail.ioffe.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.88.42.078

Исследованы нитевидные кристаллы (ННК) нитрида галлия, содержащие винтовые дислокации, выращенные по технологии пар-жидкость-кристалл [1]. Показано, что длина вектора Бюргерса данных дислокаций, измеренная по величине возникающего кручения Эшелби [2], может достигать 5 нм. При этом в случае значений, соответствующих нечётному количеству монослоёв GaN(0001), обнаруживаются структуры с периодической последовательностью дефектов упаковки (например, см. Рис. 1), таким образом, представляющие собой политипы нитрида галлия. Данное явление объясняет некоторые закономерности роста исследованных ННК, а также даёт возможность предполагать причины образования некоторых политипов в нитриде галлия или других материалах, наблюдавшихся ранее [3].

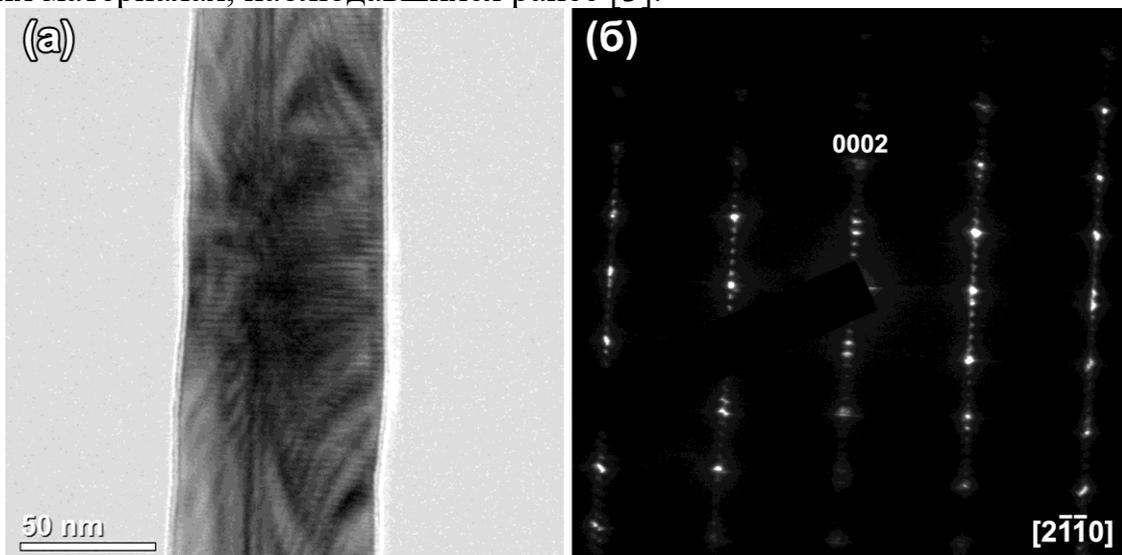


Рис.1. ПЭМ-изображение (а) и картина электронной дифракции(б) ННК со структурой типа АВАВАВАВАС (33R).

Список литературы:

- [1] М.М. Rozhavskaya, W.V. Lundin, E.Yu. Lundina et al., J. Appl. Phys., **117**, 024301 (2015).
- [2] J.D. Eshelby, J. Appl. Phys., **24**, 176 (1953).
- [3] E. Alexander, Z.H. Kalman, S. Mardix et al., Phil. Mag., **21**, 1237 (1970).

Микроанализ пленок SmS, полученных магнетронным распылением

Баскаков Е.Б., Стрелов В.И., Артемов В.В.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г.
Москва, Московская обл., Россия
e-mail: baskak92@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.44.82.079

Моносulfид самария (SmS) интересен своим эффектом возникновения термоЭДС без создания градиента температуры и возможностью создания высокоэффективного термоэлектрогенератора (ТЭГ) на его основе. Использование стандартной планарной технологии микроэлектроники для создания ТЭГа на основе SmS имеет ряд преимуществ, среди которых возможность получения малого размера генератора и дальнейшей интеграции генератора в микроэлектронное устройство. Целью работы являлось исследование однородности тонких пленок SmS, полученных путем магнетронного распыления для создания тонкопленочных ТЭГов на их основе. На рис.1 показана пленка SmS, полученная на подложке ситалла магнетронным распылением мишени SmS.

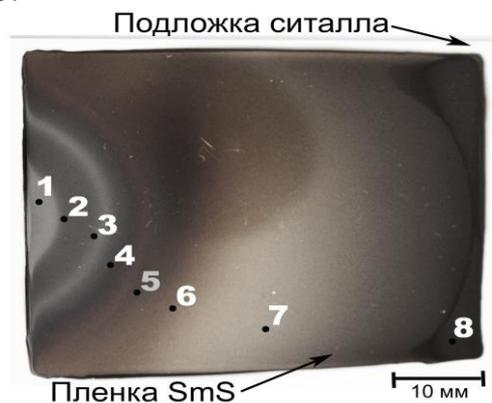


Рис.1. Пленка SmS полученная на подложке ситалла

В процессе напыления пленки подложка была ориентирована по отношению к магнетрону таким образом, что её край, отмеченный точкой 1 (рис. 1) был над центром магнетрона, а другой край (точка 8) выходил за периметр корпуса магнетрона. Такое расположение подложки при напылении выбрано с целью определения радиального распределения элементов в пленке. На рис. 1 указаны точки с 1 до 8, которые соответствуют областям пленки, в которых происходило исследование элементного состава и определение толщины пленки. Рентгеноспектральный микроанализ проводился с помощью растрового электронного микроскопа JSM-7401F с EDAX анализатором. Данные микроанализа представлены на рис. 2.

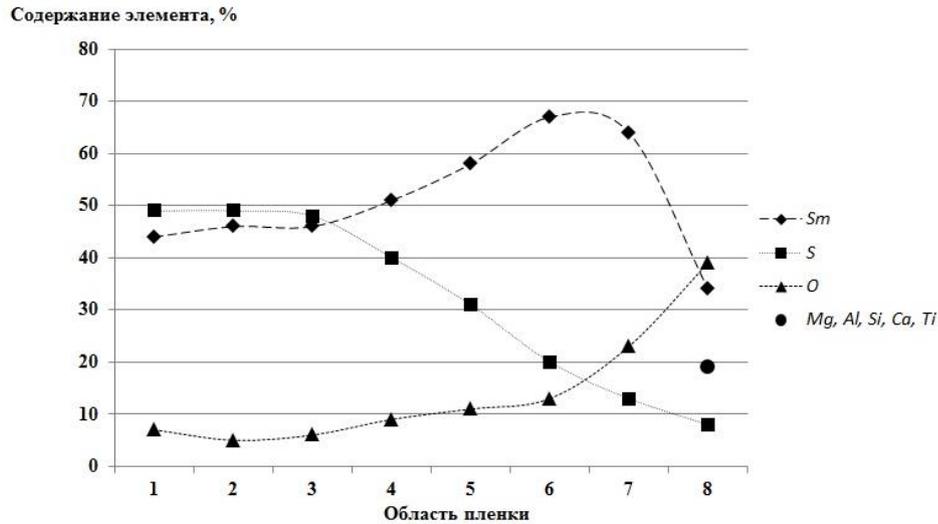


Рис.2. Содержание элементов в исследуемой пленке

Полученные данные показывают, что область пленки, находящаяся над центром магнетрона в процессе распыления имеет состав близкий к составу мишени. В центральной области пленки обнаружено преобладание Sm над S. Получение среза пленки и измерение её толщины (рис. 3) проводилось на автоэмиссионном растровом электронном микроскопе FEI Scios с ионной пушкой.

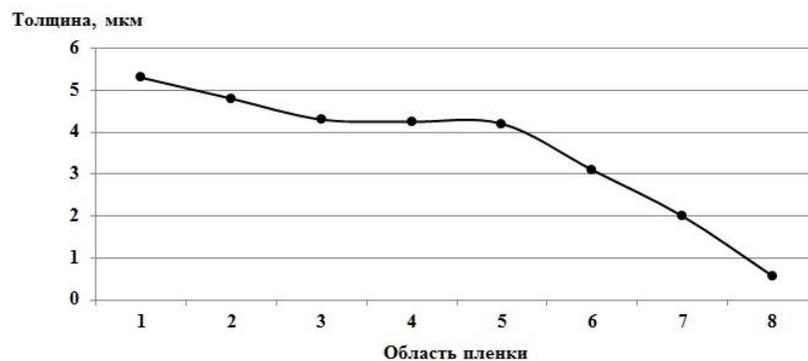


Рис.3. Зависимость толщины пленки от расстояния

Исследования проводились при ускоряющем напряжении 20 кэВ, что соответствует пробегу пучка на толщину от 0,51 мкм до 1,5 мкм для SmS. При толщине пленки в 0,57 мкм (область 8, рис. 2) происходит регистрация элементов, из которых состоит подложка (оксиды Mg, Al, Si, Ca, Ti). Показано, что для магнетронного распыления характерно уменьшение толщины (рис. 3) напыляемой пленки с увеличением расстояния подложки от зоны эрозии (область мишени с которой происходит распыление материала).

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН и с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» при поддержке Минобрнауки России (проект RFMEFI62119X0035).

Длинноволновые осцилляции интенсивности пучка электронов, отраженного от растущей гетероэпитаксиальной пленки, с учетом неупругого поглощения

Шкорняков С. М.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Ленинский проспект, д.59, 119333, г. Москва, Россия

e-mail:shkorniyakov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.58.25.080

Предложена формула (1) для описания квантового размерного эффекта (КРЭ) блоховских электронов в растущей гетероэпитаксиальной пленке с учетом поглощения. КРЭ проявляется в возникновении дополнительных к коротковолновым (обусловленным интерференцией от поверхности) длинноволновых осцилляциями интенсивности отраженного пучка электронов [1].

$$I = \frac{1}{2}I_0 + I_1 R(N)S(N)\cos(2\pi N - \varphi) \quad (1),$$

где $R(N)$ – коэффициент отражения задается формулой (2), $S(N)$ – коэффициент поглощения, задается формулой (3).

$$R = 1 - T = 1 - \frac{1}{1 + \frac{1}{4} \left(\frac{\lambda}{k} \operatorname{tg} \frac{kc}{2} \operatorname{ctg} \frac{\mu c}{2} - \frac{k}{\lambda} \operatorname{ctg} \frac{kc}{2} \operatorname{tg} \frac{\mu c}{2} \right)^2 \sin^2 \mu c N} \quad (2)$$

где T – коэффициент прохождения, $\lambda = \sqrt{\frac{2mE_1}{\hbar^2}}$, $k = \sqrt{\frac{2m(E_1 + V_0)}{\hbar^2}}$,

$E_1 = \left(\frac{\alpha\pi}{180}\right)^2 E$, E – энергия электронов, α – угол скольжения в градусах, V_0 – значение среднего внутреннего потенциала, c – период решетки, μ – блоховский волновой вектор электрона в кристалле, N – число монослоев пленки, параллельных ее поверхности.

$$S = \exp(-\alpha c N), \quad (3)$$

где α – коэффициент поглощения, измеряемый в \AA^{-1} .

1.Шкорняков С.М. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019, № 2, с. 74. DOI: 10.1134/S0207352819020124

Микроструктура и элементный состав тонких пленок Ru на поверхности серебра, полученных методом атомно-слоевого осаждения

Нищев К.Н., Мишкин В.П., Долганов А.В., Лютова Е.Н., Шабаров Д.Е.

Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, г. Саранск

e-mail: Vladimirm1978@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.12.35.081

Актуальной задачей силовой электроники является обеспечение надёжности и коррозионной стойкости электрических контактов. Одним из способов решения этой задачи является нанесение на поверхность контактов тонких покрытий из металлов платиновой группы, в частности, из рутения. Рутениевое покрытие значительно улучшает электрические свойства контактов, повышает их химическую и механическую стойкость.

В данной работе для нанесения рутения на поверхность серебряных контактов использовался метод атомно-слоевого осаждения (АСО). Процесс получения плёнок металлического Ru на поверхности серебра осуществлялся в два этапа. На первом этапе методом АСО на поверхности Ag формировался слой диоксида рутения (RuO_2) толщиной порядка 50 нм. Для этого при температуре 220 °С в реакционную камеру подавались поочередно прекурсоры $\text{Ru}(\text{EtCp})_2$ (80 °С) и кислород (1,5 бар) в течение 1 с и 10 с, соответственно. Затем следовали паузы: в течение 3 с после пуска $\text{Ru}(\text{EtCp})_2$ и 5 с после пуска кислорода. Далее после каждого полуцикла в течение 1 с камера продувалась азотом.

На втором этапе для получения слоя металлического рутения на поверхности серебра образцы подвергались отжигу при температуре 500 °С в атмосфере водорода в течении 60 минут. Данная термообработка проводилась с целью восстановления диоксида рутения водородом с образованием металлического рутения ($\text{RuO}_2 + \text{H}_2 \xrightarrow{500^\circ\text{C}} \text{Ru} + \text{H}_2\text{O}$).

Микроструктура и элементный состав полученных тонких пленок исследовались с помощью РЭМ Quanta 200 I 3D. Анализ полученных РЭМ-изображений поверхности исследуемых образцов не выявил структурных отличий поверхности образцов до и после отжига.

Исследование элементного состава пленок проводили методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии в режиме высокого вакуума ($\sim 10^{-3}$ Па) при ускоряющем напряжении 10 kV.

На рис.1 представлены результаты определения элементного состава поверхности исследуемых образцов непосредственно после нанесения слоя диоксида рутения методом АСО (а) и после отжига при температуре 500°С в течение 60 мин. в атмосфере водорода.

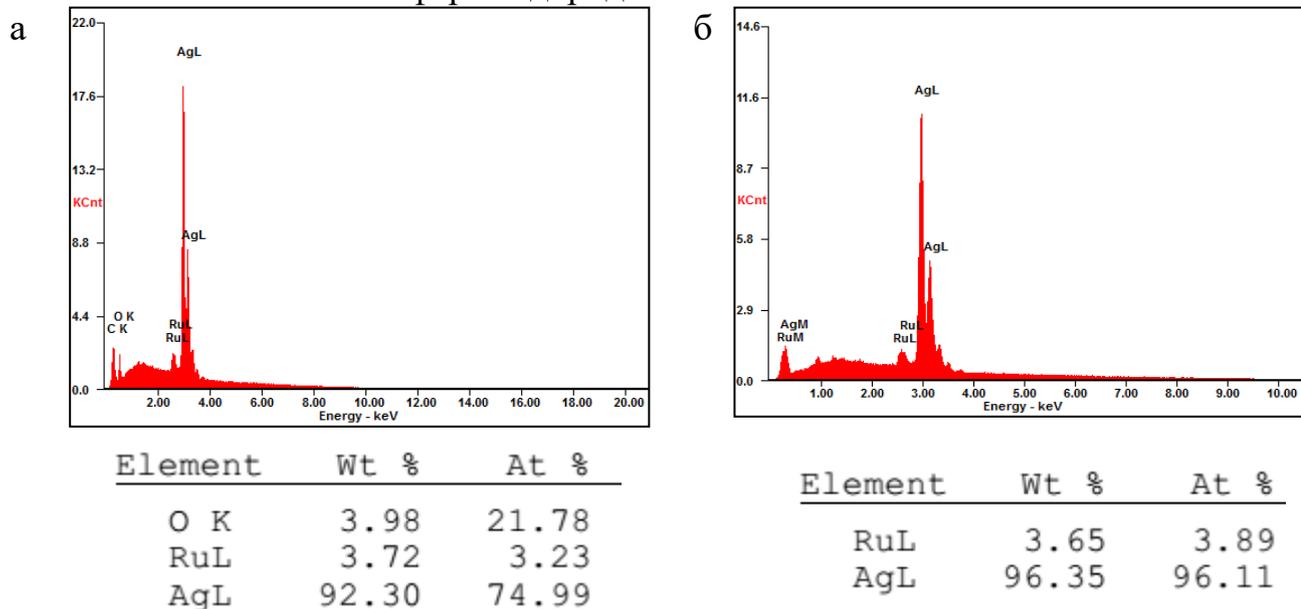


Рис.1. “Элементный состав покрытия непосредственно после процедуры АСО (а) и после отжига в течение 60 мин. в атмосфере водорода (б).”

Из полученных данных следует, что отжиг пленок RuO₂, нанесенных на поверхность серебра методом атомно-слоевого осаждения, при температуре 500°С в течение 60 мин. в атмосфере водорода приводит к восстановлению диоксида рутения с образованием на поверхности серебра тонкого слоя металлического рутения.

Морфологические особенности наноструктурированного кремния, сформированных при различных условиях анодного травления

Наумов А.П., Старков В.В., Князев М.А., Иржак Д.В.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук

e-mail: apnaumov@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.36.082

Одним из наиболее распространенных методов создания нано-структур на основе кремния (HCSi) в настоящее время является анодное травление. Процесс электрохимического анодного травления (АТ) монокристалла кремния характеризуется рядом режимных параметров (плотность тока травления, время обработки, состав электролита), а также зависит от внешних факторов (таких как освещение, температура электролита) и параметров кремниевой пластины (тип проводимости, степень легирования, ориентация обрабатываемой поверхности). Таким образом, существует большое количество вариантов разнообразных комбинаций режимов обработки, от которых зависит глубина, морфология и пористость получаемого слоя пористого кремния.

Методами растровой электронной микроскопии исследованы HCSi, сформированные в различных условиях АТ. Приведены сравнительные результаты для градиентно-пористых структур с вариативно изменяемой по глубине морфологией пор (ГПК-вар структуры), а также результаты исследования морфологии монослойных нанопористых кремниевых (НПК) структур. В работе показано, что наноструктурированные пористые слои в зависимости от условий получения могут иметь аморфную или кристаллическую структуру.

Особенности формирования и морфологии ГПК-вар структур

Основной особенностью ГПК-вар структур является то, что внешний и приповерхностный слои представляют собой HCSi, который расположен на макропористом скелете монокристаллической подложки. Такая сложная структура формируется при постоянных режимах АТ в едином процессе [1].

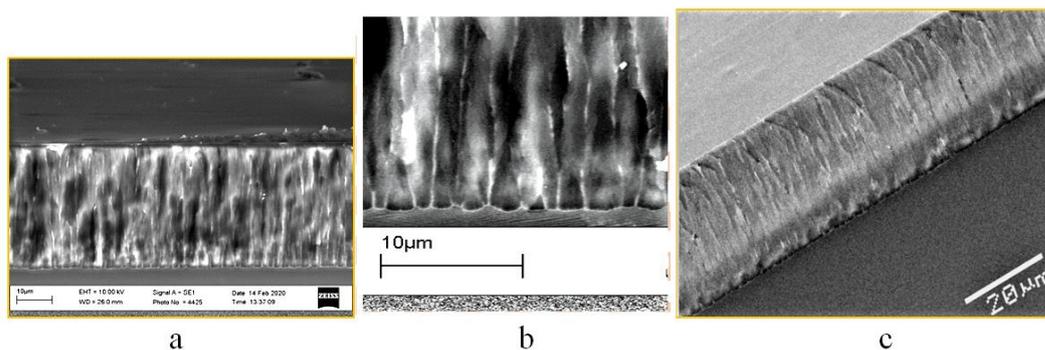


Рис.1 СЭМ изображения скола ГПК-вар структуры. *a* – изображение скола; *b* – фрагмент дна пористого слоя (светлые полосы обозначают скелетон Si); *c* – изображение под углом, видна поверхность пластины (вверху).

На рис.1 представлены СЭМ изображения скола ГПК-вар структуры, сформированной на кремниевых пластинах КДБ-10 (100) с $\rho_v = 10 \Omega \cdot \text{cm}$ в растворе 6:1= HF: ISO при $j=10 \text{ mA/cm}^2$ в течении 60 min. Как следует из этих изображений, пористый слой представляет собой достаточно однородную по морфологии структуру с планарной поверхностью. При выбранном разрешении макропористый скелетон слабо различим (светлые полосы на рис. 1b).

Особенности формирования и морфологии нанопористых структур

Традиционным способом формирования нанопористых структур является анодное травление кремния с низким удельным сопротивлением в водных (спиртовых) растворах на основе HF кислоты при повышенных плотностях тока травления.

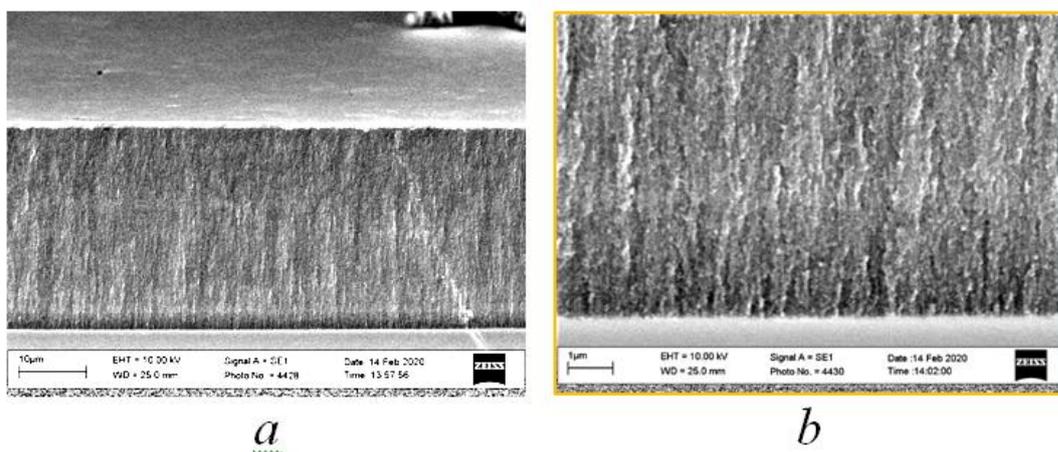


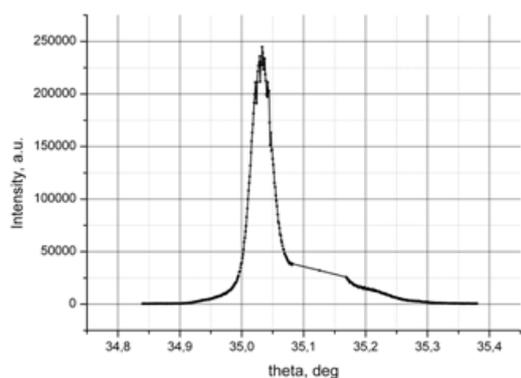
Рис.2 СЭМ изображения скола нанопористой структуры. *a* – изображение под углом (вверху видна поверхность пластины); *b* – фрагмент дна пористого слоя.

На рис.2 представлены СЭМ изображения скола НПК структуры, сформированной на кремниевых пластинах КДБ-0,05 (100) с $\rho_v = 0,05 \Omega \cdot \text{cm}$ в растворе 1:1= HF: Этанол при $j=100 \text{ mA/cm}^2$ в течении 5 min. Структура также характеризуется однородным пористым слоем и планарной поверхностью. При

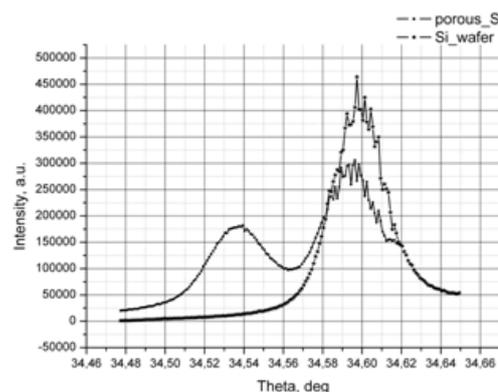
выбранном разрешении не удастся достаточно отчетливо выделить скелетон нанопористого слоя.

Рентгеновская дифрактометрия НПК слоев

Оценка кристалличности НПК слоев проводилась методом рентгеновской дифрактометрии. Из диаграмм спектров брегговского отражения видно, что для образца с макропорами кристалличность структуры наблюдается только на глубине, до которой процесс травления не дошел, т.е. в структуре подложки. Для слоя же макропористого кремния пиков интенсивности брегговского отражения не наблюдается, а это говорит об отсутствии дальнего порядка, т.е. о наличии аморфного слоя вторичного диспропорционированного кремния (рис.3а). Для образца с микропорами кристалличность структуры наблюдается как на подложке, так и в пористом слое. Об этом свидетельствует наличие пика интенсивности брегговского отражения в области пористого слоя. Это говорит об отсутствии вторичного диспропорционированного кремния в пористом слое, то есть о кристалличности структуры (рис.3б).



a



b

Рис.3 Кривые качания для образцов. *a* – для образца с аморфной структурой; *b* – для образца без аморфной структуры.

Данная работа была выполнена в соответствии с гос. заказом №075-00920-20-00.

Список литературы:

[1] Starkov V, Gosteva E, Sedlovets D, Kah M., Journal of The Electrochemical Society 165, 534 (2018).

Особенности роста эпитаксиальных пленок $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ для фазовой памяти на подложке Si (111) по данным электронной микроскопии

Зайцева Ю.С.¹, Приходько А.С.¹, Боргардт Н.И.¹, Zallo E.², Calarco R.²

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

²Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik, Hausvogteiplatz 5-7, D-10117, Berlin, Germany
e-mail: julia3ybina@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.28.47.083

Интегрирование материалов фазовой памяти на основе системы Ge-Sb-Te (GST) в стандартные технологии микроэлектроники определяет необходимость выращивания эпитаксиальных пленок на кремниевых подложках. Для формирования тонких пленок GST оптимальной является ориентация Si (111), при этом осуществляется так называемая ван-дер-ваальсова эпитаксия, характеризующаяся наличием щели Ван-дер-Ваальса на границе раздела подложки и материала GST. Слой фазовой памяти растет также в направлении [111], формируя блочную структуру [1, 2]. Несмотря на проведенные довольно обширные исследования в этой области, особенности роста эпитаксиальных тонких пленок GST на кремниевой подложке требуют дальнейшего изучения. Среди методов исследования слоев GST особую роль играет просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), позволяющая изучить локальные особенности структуры материалов на атомарном уровне.

Настоящая работа посвящена исследованиям тонкой пленки $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ (GST326) толщиной 30 нм, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке Si (111). Методами высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) и электронографического анализа изучалась ее структура. Тонкие фольги для ПЭМ приготавливались в поперечном и планарном сечениях методом In-Situ Lift-Out в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650, а также путем механической шлифовки и полировки с последующим ионным утонением в установке Gatan PIPS Model 691. Исследования структуры эпитаксиальной пленки GST326 проводились при ускоряющем напряжении 200 кВ в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200.

Как видно из высокоразрешающего изображения на рис. 1а, при высокосимметричной ориентации подложки относительно падающего электронного пучка атомные колонки материала GST не визуализируются, что свидетельствует о небольшом развороте эпитаксиальной пленки относительно подложки в перпендикулярном ей направлении. Для анализа структуры образца были приготовлены тонкие фольги планарного сечения в ориентации Si (111). Как следует из светлопольного изображения на рис. 1б, пленка GST имеет зернистую структуру. На микрофотографиях выявляется муаровый узор,

возникающий вследствие двойной дифракции, обусловленной повторным рассеянием дифрагированного пучка. По экспериментальным изображениям были определены углы разворота α отдельных зерен с помощью известной формулы для смешанного муарового узора:

$$D_M = \frac{d_1 d_2}{\sqrt{d_1^2 + d_2^2 - 2d_1 d_2 \cos \alpha}}, \quad (1)$$

в которой D_M – периодичность муарового узора на экспериментальных изображениях, d_1 и d_2 – межплоскостные расстояния в кремнии и GST, образующие муаровый узор. Была проанализирована выборка из более чем 100 зерен GST. Значение D_M для каждого из зерен измерялось в трех направлениях $\{111\}$ и затем усреднялось. В каждом из направлений измерялась величина, включающая от 10 до 30 периодов муарового узора, что позволяло получить корректное значение его периодичности. Анализ полученных значений показал, что большая часть зерен развернута относительно подложки на углы от $3,6$ до $4,2^\circ$. Дифракционная картина на рис. 1в также свидетельствует о наличии зерен GST, развернутых относительно подложки, поскольку рефлексы от GST сформировались в виде тяжей. Оцененные по электронограмме углы разворота зерен GST относительно подложки находятся в пределах приблизительно 4° , что коррелирует с результатами анализа светлопольных изображений.

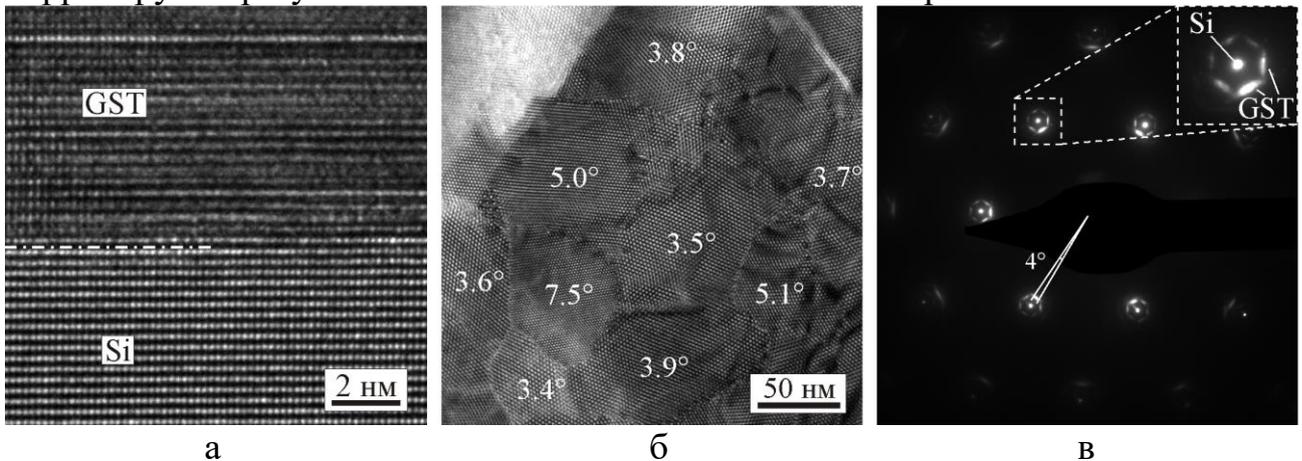


Рис.1. ВРЭМ-изображение поперечного сечения Si(112)/GST (а), светлопольное изображение зерен GST (б) и соответствующая дифракционная картина (в) в ориентации (111)

Таким образом, проведенными исследованиями продемонстрировано, что средний угол разворота между эпитаксиальной пленкой GST326 и подложкой Si (111) составляет около 4° .

Список литературы:

- [1] M. Schuck, S. Ries, M. Schreiber, G. Mussler et al., *Journal of Crystal Growth*, **420**, 37-41 (2015).
- [2] J.E. Boschker and R. Calarco, *Advances in Physics: X*, **2**, 675-694 (2017).

Перекристаллизация In нанопроволок под действием электронного пучка

Матюшенко В.И.¹, Карабулин А.В.^{2,3}, Степанов М.Е.², Николайчик В.И.⁴, Ходос И.И.⁴

¹ Филиал ФИЦ химической физики им. Н.Н.Семенова РАН, Московская обл., г. Черноголовка, просп. акад. Семенова, д.1, 142432, Россия

² Институт проблем химической физики РАН, Московская обл., г. Черноголовка, просп. акад. Семенова, д. 1, 142432, Россия

³ НИЯУ МИФИ, Москва, 115409, Каширское шоссе, 31, Россия

⁴ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Московская обл., г. Черноголовка, Московская обл., ул. акад. Осипьяна д. 6, 142432, Россия
e-mail: vmat48@mail.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.80.25.084

Индий и нанобъекты из индия и его соединений широко используются в научных исследованиях, например, в исследованиях квазиодномерной сверхпроводимости. Ведутся исследования вариантов его применения в электронике в виде наночастиц и нанопроволок. Данная работа посвящена изучению воздействия электронного пучка на поликристаллические In нанопроволоки толщиной менее 10 нм.

Проволоки получали в квантованных вихрях в сверхтекучем гелии по методу, изложенному в работе [1]. Для ввода паров металла в объём сверхтекучего гелия использовалось испарение лазерным лучом помещенной в He II мишени. Проволочки оседали в криостате на золотую сеточку, покрытую перфорированной углеродной пленкой, и изучались затем в ПЭМ JEM-2100.

Нанопроволоки имели мелкокристаллическую структуру. Рис. 1а показывает, что размер кристаллитов существенно меньше поперечного размера нанопроволок. Электронограмма на рис. 2а также показывает, что нанопроволоки состоят из хаотично ориентированных малых кристаллитов, причем нанопроволоки имеют ГЦК решетку, хотя объёмный индий обладает тетрагональной решёткой. Обнаружено, что через несколько минут воздействия высокоэнергетического электронного пучка начинается переход нанопроволок в монокристаллическое состояние (рис. 1б). Часто можно было наблюдать движение фронта перекристаллизации вдоль нанопроволоки по всему поперечному сечению нанопроволоки из некоторого центра зарождения. В итоге происходит полная перекристаллизация нанопроволоки в монокристаллическое состояние.

У перекристаллизованных нанопроволок кристаллическая решётка - кубическая, соответствующей оксиду индия In_2O_3 , несмотря на устойчивость к окислению массивных образцов в нормальных условиях. Оценка показывает, что имеющегося в колонне микроскопа количества кислорода (порядка 0,1 мкг при давлении 10^{-6} мбар) достаточно для окисления нанопроволок, находящихся под действием электронного пучка диаметром несколько микрон.

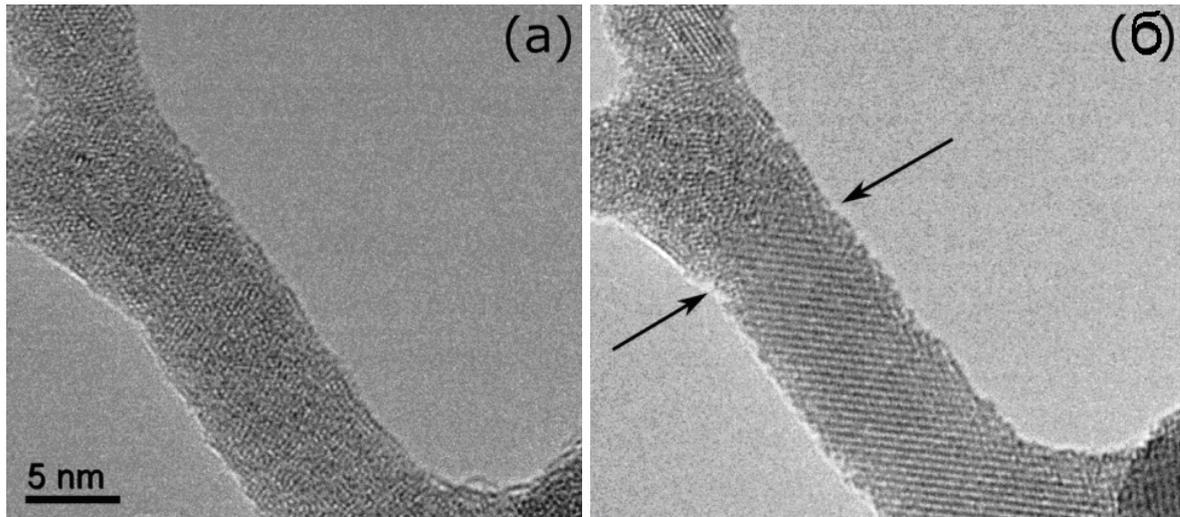


Рис.1. а) ПЭМ изображение начального состояния In нанопроволоки; б) отмечена граница перекристаллизации в некоторый момент времени.

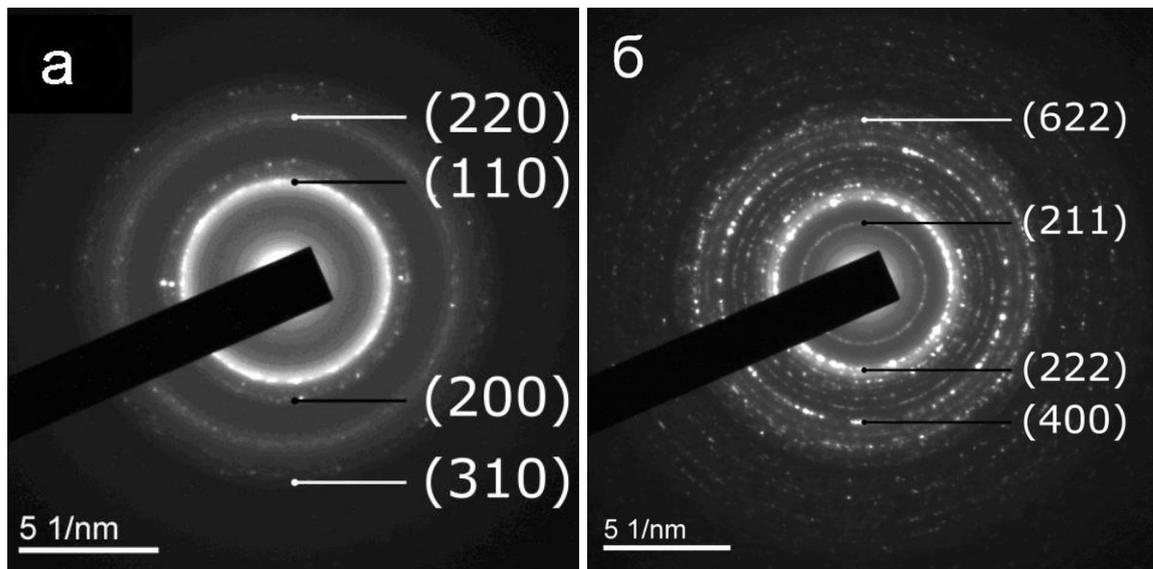


Рис.2. Электронограммы In нанопроволоки в начале просмотра в ПЭМ (а) и после воздействия пучка электронов в течение 10 мин (б).

Работа выполнена при частичном финансировании РФФ (грант №18-19-00620).

Список литературы:

- [1] Gordon E.B., A.V. Karabulin, V.I. Matyushenko, V.D. Sizov, I.I. Khodos. The role of vortices in the process of impurity nanoparticles coalescence in liquid helium. *Chem. Phys. Lett.*, 19, 64-68 (2012).

Получение субмикронных слоев оксида вольфрама и титана термическим окислением металлических плёнок в атмосфере воздуха

Томаев В.В.^{1,3}, Сохович Е.В.¹, Мякин С.В.¹, Сычёв М.М.¹, Полищук В.А.², Семёнова А.А.¹

¹ Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет),
e-mail: tvaza@mail.ru

² Санкт-Петербургский университет морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова
³ Санкт-Петербургский горный университет

DOI: 10.37795/RCEM.2020.58.12.085

Оксиды вольфрама (WO_3) и титана (TiO_2) представляют большой интерес для исследователей как с фундаментальной, так и прикладной точек зрения [1-3]. Субмикронные слои данных оксидов получают с использованием различных химических (золь-гель технология) и физических (магнетронное, термическое напыление и др.) [4]. Перспективным подходом является контролируемое окисление в атмосфере воздуха конденсированных металлических нанослоев. Преимуществами данного способа являются относительная простота и возможность получать слои оксидов с различной степенью окисления в зависимости от условий процесса.

Слои металлического вольфрама и титана наносили на подложки толщиной 3,8 мм из К-стекла производства фирмы Pilkington (Великобритания) и размерами 30×30 мм² с прозрачным проводящим слоем $SnO_2:F$ (FTO) с поверхностным сопротивлением 20–25 Ом/кв методом магнетронного напыления с использованием установки Q150TS/E/ES со скоростью нанесения 28 нм/мин. Эффективную толщину осаждаемых слоев определяли по времени нанесения и контролировали с помощью встроенного измерителя по массе напыляемого металла. В ходе эксперимента была получена серия образцов слоев вольфрама и титана толщиной 50-250 нм. Полученные образцы подвергали термическому окислению в электрической муфельной печи с программируемым нагревом до различных температур в пределах 350-600°C. Исследование синтезированных оксидных нанослоев включало изучение морфологии их поверхности, элементного состава и размера нанокристаллов с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Zeiss Merlin, структурного и фазового состава с использованием рентгеновского дифрактометра SmartLab 3 (Rigaku Corporation), а также измерение спектров пропускания и поглощения с использованием спектрофотометра СФ-56 (ЛОМО, Санкт-Петербург).

Результаты РФА подтверждают полное превращение металлических слоев в оксидные. В частности, были получены вольфрам-оксидные слои с соотношением триклинной и гексагональной структуры WO_3 в соотношении 9:1 и различной степенью аморфизации. Синтезированные оксидные слои обладают высокой прозрачностью, составляющей 60-75% в видимой области спектра.

Наилучшей однородностью и прозрачностью характеризуются слои, полученные с использованием двухступенчатого нагрева при температурах 360 и 600°C. Варьирование условий синтеза позволило регулировать однородность, прозрачность и величину оптической ширины запрещенной зоны получаемых оксидных слоев.

На рис. 1 представлен микрофрагмент морфологии исходной проводящей плёнки SnO₂, легированной фтором. Поверхность исходных поликристаллических плёнок имеет преимущественно зернистую морфологию, с диапазоном изменения размера большинства отдельных кристаллов 100-200 нм. На рис. 2 представлен микрофрагмент морфологии исходной пленки вольфрама, нанесённой поверх проводящей плёнки SnO₂, легированной фтором. Диапазон изменения размера большинства отдельных кристаллов вольфрама составляет 30-70 нм, и лишь незначительная часть кристаллов, около ~5-10% имеет размер ~100-200 нм.

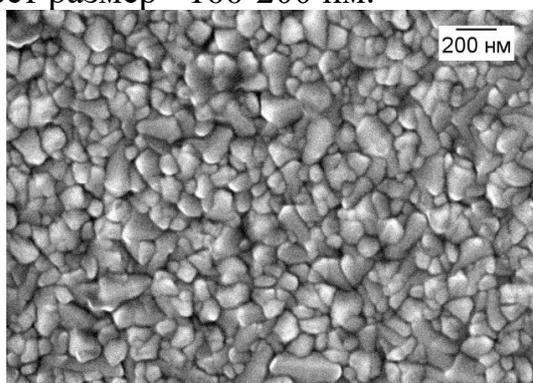


Рис. 1. СЭМ фотография пленки SnO₂.

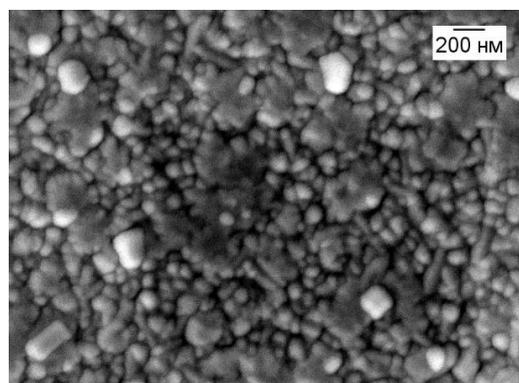


Рис. 2. СЭМ фотография пленки W.

Полученные оксидные нанослои на подложках с проводящим слоем были испытаны в конструкциях электрохромных устройств (ЭХУ) в качестве катодного электрохромного вольфрамoxidного слоя и титаноксидного противоэлектрода в сравнении с аналогичными ЭХУ, изготовленными с использованием методов золь-гель синтеза [5] и непосредственного магнетронного напыления соответствующих оксидных слоев [6].

Список литературы:

- [1] M. Johansson, B. Zietz, G. Niklasson, L. Österlund, *Journal of Applied Physics*, **115** (21), 213510 (2014).
- [2] M. Ataallaa, A.S. Afify., M. Hassanc, M. Abdallah, M. Milanova, H.Y. Aboul-Eneinf, Amr Mohamed, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **491**, 43 (2018).
- [3] V. Madhavi, P. Kondaiah, O.M. Hussain, S. Uthanna, *International Scholarly Research Network ISRN Optics*, 2012, Article ID 801468, 8 pages, doi:10.5402/2012/801468.
- [4] Granqvist C.G., *Solar Energy Materials & Solar Cells*, **60**, 201 (2000).
- [5] E.V.Sokhovich, S.V.Mjakin, A.A.Semenova, V.S.Zemko, V.V.Bakhmetyev, O.V.Prostitenko, V.I.Khalimon, *Journal of Optical Technology*, **86**, 68 (2019).
- [6] A. Semenova, A. Eruzin, P. Bezrukov, M. Sychov, S. Mjakin, N. Sudar, *Materials Today: Proceedings, Special issue "MS-CAMC-2019"* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.415> (in press).

Исследование методами электронной микроскопии монокристаллов TiS_3 с разным удельным сопротивлением.

Трунькин И.Н.¹, Горлова И.Г.², Болотина Н.Б.³, Бондаренко В.И.³, Чесноков Ю.М.¹,
Васильев А.Л.^{1,3,4}

¹Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

²Институт радиотехники и электроники имени В. А. Котельникова РАН, Москва, Россия

³Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН,
Москва, Россия

⁴Московский физико-технический институт, Москва, Россия

e-mail: igor.trunckin@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.61.086

Слоистый квазиодномерный полупроводник TiS_3 является перспективным материалом в нанoeлектронике (полевые транзисторы, фотоприемники и генераторы электроэнергии). В этом соединении были обнаружены эффект поля и сильный фотоэффект, нелинейная проводимость и аномалии транспортных свойств. Удельное сопротивление монокристаллов TiS_3 , выращенных при разных условиях, при 300 К (ρ_{300}), может различаться более чем в 10 раз. Материал данного типа (трихалькогениды MX_3 ($M = Ti, Zr, Hf; X = S, Se, Te$)) кристаллизуется в группе симметрии $P2_1/m$ в двух вариантах А и В [1-2]. Задачей исследования было определение дефектов структуры и их влияния на электрофизические свойства двух групп образцов.

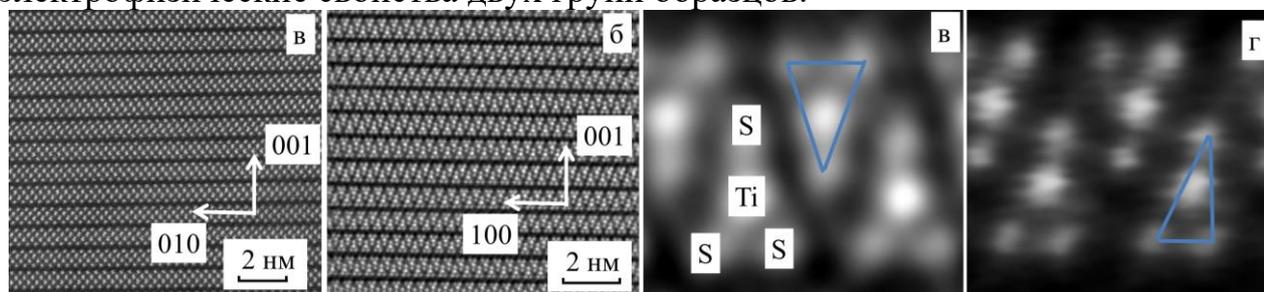


Рис.1. Темнопольное высокоугловое ПРЭМ изображения TiS_3 . а – ось зоны $[100]$, б – ось зоны $[010]$, в – увеличенное изображение А варианта, г – увеличенное изображение В варианта

Исследованы высокоомные ($\rho_{300} = 2-2.5$ Ом см) и низкоомные ($\rho_{300} = 0,1-0,2$ Ом см) монокристаллы (вискеры). Образцы для ПЭМ, ПРЭМ и электронной дифракции были приготовлены в растровом электронно-ионном микроскопе (РЭИМ) с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) в виде поперечных срезов различной ориентации (Рис.1 а и б). Электронно-микроскопические исследования проводились методами ПЭМ и ПРЭМ с высоким разрешением (ВР) в режимах светлого и темного поля (в последнем случае с применением высокоуглового кольцевого детектора - ВКД), дифракции электронов, а также энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ). Было обнаружено,

что кроме А варианта структуры TiS_3 (рис. 1 в), в образцах проявляется и В вариант структуры (рис. 1 г). На ВР ВКД ПРЭМ изображениях группы атомов S, окружающих Ti, можно наблюдать, что как равнобедренные так и прямоугольные треугольники. Оказалось, что В вариант встречается значительно чаще в низкоомных образцах.

Часть светлых максимумов, на ВР ВКД ПРЭМ изображениях, соответствующих позициям атомов S характеризуются меньшей интенсивностью в сравнении с соседними максимумами. Было предположено что такое ослабление контраста связано с присутствием вакансий. После численной обработки данных была проведена оценка плотности предполагаемых вакансий. Выявлено, что в низкоомном образце плотность вакансий существенно выше, что согласуется с понижением удельного сопротивления.

В образцах обоих типов выявлены и исследованы плоские дефекты – двойники. В режиме ПЭМ, при отклонении образца от оси зоны [010] двойники проявляются в виде полос (рис. 2 а). При точной ориентации образца двойники проявляются не так явно (рис 2 б). Фурье- фильтрация изображений показывает появление темных полос, обозначающих присутствие двойников (рис. 2 в, г), и выявляет смещение одной из систем плоскостей (101) на половину периода.

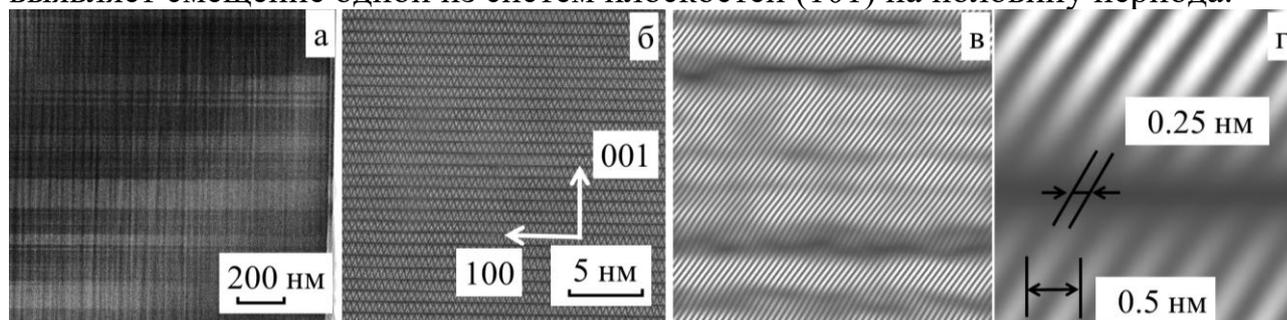


Рис.2. а – светлопольное ПРЭМ изображение, б – ВКД ПРЭМ изображения TiS_3 . в – изображение проекции атомных плоскостей, г – увеличенное изображение (в) в области с двойником

Анализ ВР ВКД ПРЭМ изображений позволил определить положение плоскости двойникования и показал, что такие дефекты не создают оборванных связей, что указывает на отсутствии влияния таких дефектов на электрофизические свойства. Двойники встречаются в обоих типах образцов. и не могут существенно влиять на их сопротивление.

Список литературы:

- [1] S. Furuseth, L. Brattas, A. Kjekshus, *Acta Chem. Scand. A.*, **V. 29.**, P. 623 (1975).
- [2] P. R. N. Misse, D. Berthebaud, O. I. Lebedev, A. Maignan, E. Guilmeau, *Materials*, **V. 8, № 5**, P. 2514-2522(2015).

Исследование структуры дефектов в области разрушения гранулированного никелевого сплава ЭП741НП

Трунькин И.Н.¹, Артамонов М.А.², Овчаров А.В.¹, Васильев А.Л.^{1,3,4}

¹Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

²Филиал ПАО “ОДК–УМПО” ОКБ им. А. Люльки, Москва, Россия

³Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН,
Москва, Россия

⁴Московский физико-технический институт, Москва, Россия
e-mail: igor.trunckin@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.10.087

Гранулированные жаропрочные никелевые сплавы (рабочие температуры 650°C) востребованы при производстве дисков турбин газотурбинных двигателей и энергетических установок. Образцы из никелевого сплава ЭП741НП проходили испытание на малоцикловую усталость, и, в результате их разрушения, были получены изломы образцов.

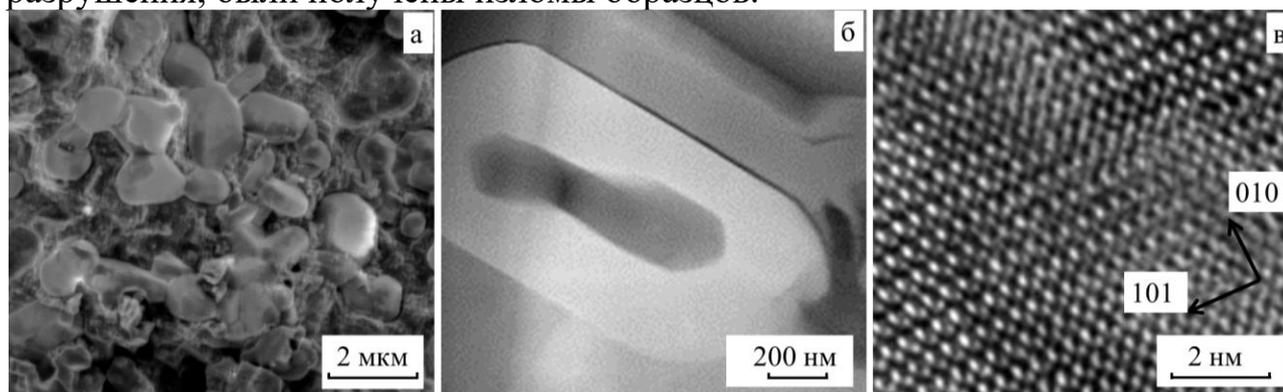


Рис. 1. Hf-содержащие частицы. а РЭМ изображение группы частиц, б темнопольное высокоугловое ПРЭМ изображение частицы с ядром, в ВР ПЭМ изображение одной из частиц HfO_2

Поверхности изломов исследовались с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ). Часто зарождение усталостной трещины происходит из-под поверхности образцов. Такой очаг с высокой плотностью округлых частиц, содержащих Hf (рис.1 а) в области разрушения был выявлен. С помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) из этой области были изготовлены поперечные срезы образца. Срезы были исследованы методами просвечивающей и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПЭМ и ПРЭМ, соответственно), последний в светлопольном и высокоугловом темнопольном режимах. Большинство Hf-содержащих частиц однородны, однако встречаются частицы, микроструктура которых представляет собой композит ядро-оболочка. На рис. 1 б представлено темнопольное высокоугловое ПРЭМ изображение такой частицы. Методами ПЭМ высокого разрешения (ВР) (рис. 1 в) и

электронной дифракции была определена структура однородных частиц - моноклинная модификация HfO_2 (пр. группа $P2_1/c$) с параметрами элементарной ячейки: $a=0.51156$, $c=5.294$, $\beta=99.18$. в композитах ядро-оболочка ядра могут содержать различные легкие элементы: C, O, Al, Ca, S, F. То есть, одна из причин формирования очагов разрушения – загрязнение исходного сплава. [1]

В процессе испытаний трещина достигла поверхности, и, таким образом, образовались области разрушения, сформированные без доступа воздуха и на воздухе (области 1 и 2, соответственно). На рис. 2 а продемонстрировано различие между этими областями. С помощью ФИП были сделаны поперечные срезы области, сформированной без доступа воздуха. С помощью ПЭМ, ПРЭМ, ЭРМ и электронной дифракции был исследован поверхностный слой и обнаружены нанозерны и аморфная область между ними (поверхность защищена слоем Pt). Обнаруженные нанозерны представляют собой окислы Ni, которые образуются в результате вторичного окисления после завершения формирования трещины при остывании образца.

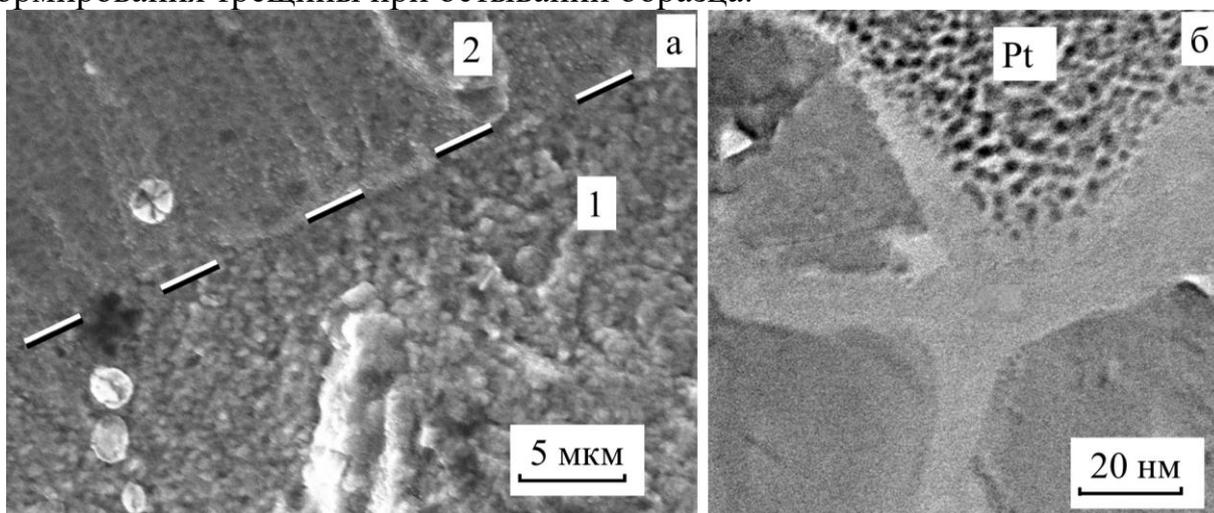


Рис.1. а РЭМ изображение границы между областями 1 и 2 (черно-белой пунктирной линией обозначена граница), б светлопольное ПРЭМ изображение зерен в приповерхностной области

Полученные данные позволили предложить модель [2] развития трещины и формирования разориентации нанозерен в отсутствии доступа воздуха.

Список литературы:

- [1] И.Н. Трунькин, М.А. Артамонов, А.В. Овчаров, А.Л. Васильев, *Кристаллография*, Т. 64, № 4, 539-543 (2019).
- [2] М.А. Артамонов, И.Н. Трунькин, А.Ю. Рашковский, А.Л. Васильев, П.Р. Казанский А.В. Овчаров, В.Я. Шкловер, *Физическая мезомеханика*, Т. 22, № 4, 64-74. (2019).

Автоматизированный анализ частиц неметаллических включений в сталях аустенитного класса

Шумко А.М.^{1,2}, Петров С.Н.^{1,2}, Зотов О.Г.²

¹НИИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» им. И.В. Горынина

²ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

e-mail: anastasiia.shumko@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.49.17.088

В связи с ростом требований к физико-механическим свойствам аустенитной стали, применяемой в качестве материалов для изделий ответственного назначения атомной энергетики, проблема неметаллических включений, на сегодняшний день, приобрела особую актуальность. В процессе эксплуатации наиболее нагруженных деталей, таких как сильфоны, работающие при многоцикловых деформационных нагрузках, материал должен обеспечивать высокую пластичность, сопротивление развитию трещин и обеспечивать герметичность разделяемых сильфоном объемов.

Для оценки возможности изготовления на отечественном производстве аустенитной стали, которая удовлетворяла бы современным требованиям, предъявляемым к материалам для сильфонного производства, методами электронной микроскопии проведены сопоставительные исследования двух аустенитных сталей типа 08X18H10T (№1 и №2). При этом известно, что образец нержавеющей стали №1 обладает более высокими технологическими и эксплуатационными свойствами и может применяться в качестве материала для сильфонов.

Для исследования методами электронной микроскопии поперек толщины листа этого образца выполнен макрошлиф, на котором выявлено наличие двух зон, образованных за счет смыкания фронтов кристаллизации. Это позволило установить, что материал №1 произведен непрерывно литым способом с электромагнитным перемешиванием металла в кристаллизаторе. Как известно, при таком перемешивании наблюдается сужение междендритных областей и, как следствие, уменьшение размеров карбосульфидов, формирующихся в этих пространствах, а размеры карбосульфидов играют значительную роль в анизотропии свойств нержавеющей стали марки 08X18H10T.

Статистический анализ неметаллических включений в обоих материалах выполнен методом автоматизированного поиска и анализа частиц на базе растрового электронного микроскопа Tescan Vega II, оснащенного приставкой для рентгеноспектрального микроанализа INCA X-Max-50 по методике описанной в работе [1]. По результатам анализа установлено, что максимальная

протяженность карбосульфидов в материале №1 составляет 4,3 мкм, тогда как в материале №2 – 17,8 мкм. Кроме того, значительная доля карбонитридов титана в материале №1 содержит оксиды Ti и Al, тогда как в материале №2 этого не выявлено, что указывает на различные способы раскисления исследуемых сталей.

Ti, водимый в процессе раскисления стали №1, способствовал формированию карбонитридов титана на оксидной подложке, еще не удаленной из расплава. Это позволило заключить, что технология раскисления также оказывает существенное влияние на размер формирующихся дендритных ячеек и технологические свойства исследуемой стали.

В результате проведенных исследований выявлено два фактора, влияющих на размер образующихся карбосульфидов:

1. Способ разливки стали;
2. Технология введения раскислителей.

Данная работа выполнена в рамках реализации гранта РФФИ по договору №19-38-90305\19 на оборудовании Центра коллективного пользования «Состав, структура, свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей».

Список литературы:

[1] Миллюц В.Г., Цуканов В.В., Петров С.Н., Ефимов С.В. Повышение чистоты корпусной стали, обработанной комплексными модификаторами // Вопросы материаловедения. 2016. № 3 (87). С. 14-22

Микроконусные оксидные покрытия на спеченных порошках Nb

Яковлева Н.М.¹, Шульга А.М.¹, Степанова К.В.¹, Кокатев А.Н.¹,
Лукиянчук И.В.², Курявый В.Г.²

¹Петрозаводский государственный университет, Петрозаводск, Российская Федерация

²Институт химии ДВО РАН, Владивосток, Российская Федерация

e-mail: ntyakov@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.38.56.089

Известно [1-2], что анодированием Nb фольги во фторсодержащих водных электролитах могут быть получены оксидные покрытия, состоящие из совокупности микроконусов Nb₂O₅. Высокая площадь поверхности, морфологическая регулярность, а также кристаллическая атомная структура делает их привлекательными для различных применений [3-4].

Формирование наноструктурированной анодной оксидной пленки (АОП) на поверхности частиц спеченного порошка должно привести к заметному увеличению удельной поверхности и росту химической активности материала. В соответствии с этим, исследование анодного наноструктурирования спеченных порошков ниобия является актуальной задачей, открывая перспективы создания новых функциональных наноматериалов.

В настоящей работе впервые исследовано анодирование спеченных порошков (СП) Nb с удельной поверхностью 800 см²/г во фторсодержащем водном электролите 1М H₂SO₄ + 1% HF. Морфология поверхности образцов до и после анодирования исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на высокоразрешающих микроскопах Mira (Tescan, Чехия) и S-55009 (Hitachi, Япония). Элементный состав оценивался методом энергодисперсионного рентгеновского анализа электронов (ЭДСА) с помощью приставки Thermo Scientific (США).

Показано, что микрочастицы порошка имеют неправильную форму с линейными размерами от 10 до 40 мкм. После анодирования в гальваностатическом режиме при $j_a = 0.05 - 0.20$ мА/см² имеет место изменение морфоструктуры поверхности: наблюдается появление множества непрерывно расположенных микронеоднородностей. Было обнаружено, что они представляют собой расположенные вплотную друг к другу микроконусы с размерами в диапазоне от 0.4 до 2 мкм (рис. 1а), состоящие из разветвленных волокон наноразмерного диаметра ~18-30 нм (рис. 1б,в), смыкающихся на вершине. Установлено, что кристаллические микроконусы Nb₂O₅ располагаются поверх регулярно-пористого оксидного слоя, прилежащего к металлу (рис.1а).

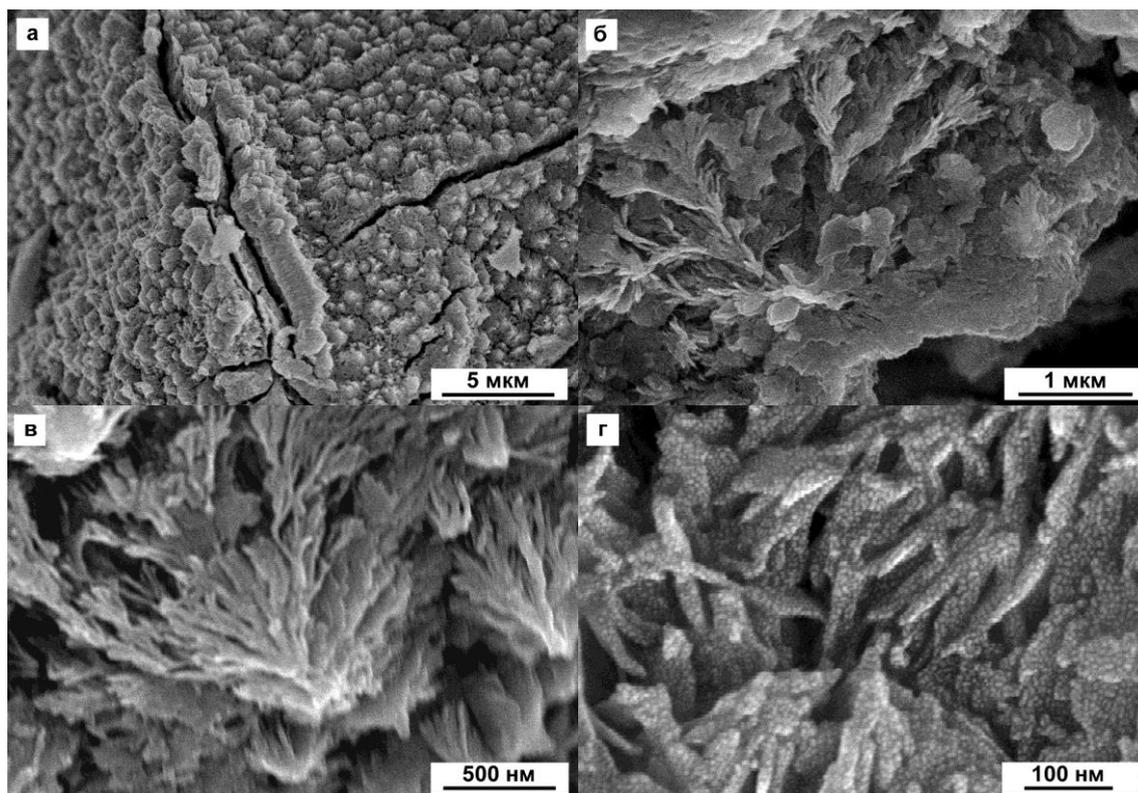


Рис.1. СЭМ-изображения поверхности анодированных образцов спеченных порошков Nb, полученные при различных увеличениях.

Абсолютная смачиваемость, коррозионная стойкость в биосредах, а также и высокая степень адсорбции белка, выявленная [5] для микроконусной АОП, сформированной на поверхности микрочастиц СП Nb, свидетельствуют о перспективности предложенной методики анодной модификации для создания биосовместимых порошковых имплантатов.

Исследование выполнено при поддержке программы развития опорного университета ФГБОУ ВО "Петрозаводский государственный университет" на 2017–2021 гг.

Список литературы:

- [1] R.L. Karlinsey, *J. Mater. Sci.*, Vol. 41, pp. 5017–5020 (2006).
- [2] B.S. Shaheen, T.C. Davenport, H.G. Salem, S.M. Haile and N.K. Allam, *MRS Communications*, Vol. 5(03), pp. 495–501(2015).
- [3] N. Alias, S.A. Rosli, Z. Hussain, T.W. Kian, A. Matsuda and Z. Lockman, *Materials Today: Proceedings*, Vol. 17, pp. 1033–1039 (2019).
- [4] D.D. Yao, R.A. Rani, A.P. O'Mullane, K. Kalantar-Zadeh and J. Z. Ou, *J. Phys. Chem. C*, Vol. 118 (1), pp. 476-481(2014).
- [5] Н.М. Яковлева, К.В. Степанова, А.Н. Кокатев, А.М. Шульга, Е.А. Чупахина, С.Г. Васильев, *Труды Кольского научного центра РАН. Химия и материаловедение*. Вып. 2. № 1 (9), с. 479 – 484 (2018).

Эволюция структуры и микроструктуры в электроосаждённых плёнках оксида марганца со структурой бирнессита

Левин Э.Е.^{1,2}, Архарова Н.А.¹, Орехов А.С.^{1,3}, Пуголовкин Л.В.²

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

²Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, химический факультет, Ленинские горы 1, стр. 3, 119991, Москва

³Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», пл. Академика Курчатова 1, 123182, Москва
e-mail: levin@elch.chem.msu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.53.60.072

Электроосаждение является удобным способом получения различных материалов (металлов, оксидов, композитов) на проводящих подложках в условиях, приближенных к природным, или реализованных в устройствах для получения или запасаения электрической энергии. При этом по мере увеличения толщины осадка происходит эволюция структуры, которая может отразиться на функциональных свойствах.

Для таких методов, как CVD, PLD, магнетронное распыление существуют феноменологические подходы (структурно-зонная модель [1]), которые позволяют предсказать микроструктуру получаемого покрытия исходя из, например, соотношения скоростей стадий массопереноса и поверхностной диффузии. В электроосаждении, однако, аналогичный подход известен только для случая роста толстых металлических покрытий [2]. Таким образом, получение структурной информации о строении оксидных плёнок является необходимым для установления закономерностей между условиями электрокристаллизации и наблюдаемыми морфологическими особенностями, а также построения модели роста плёнок в зависимости от условий осаждения.

Осадки бирнессита получали на стеклоуглеродных подложках методом потенциостатического электроосаждения в растворе $0.02 \text{ M KMnO}_4 + 1 \text{ M NaOH}$. Осаждение проводили в трёхэлектродной ячейке с неразделёнными пространствами при потенциале -0.25 V (в шкале Hg/HgO электрода сравнения). Подробно методика осаждения описана в [3]. Морфологию и структуру образцов изучали на просвечивающем электронном микроскопе Tescan Osiris (FEI) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Ламель толщиной 100 нм получали на двухлучевом сканирующем электронном микроскопе Scios (FEI).

Установлено, что морфология образца претерпевает значительные изменения по мере увеличения толщины. Самый нижний слой плотный, без особенностей. По мере нарастания осадка он сменяется слоем из тонких пластинок, которые в свою очередь сменяются глобулами. Самый верхний слой также плотный. Методом дифракции электронов выявлены различия структуры слоев осажденной пленки.

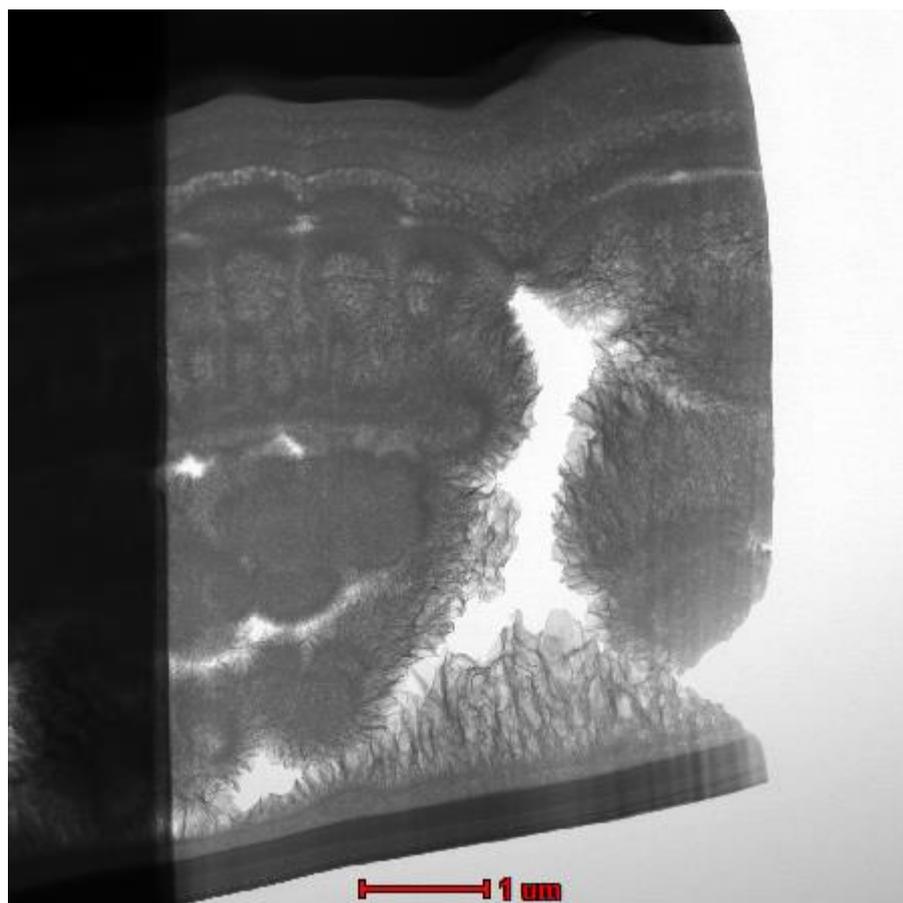


Рис.1. Светлопольное ПЭМ изображение поперечного среза осадка бирнессита.

Данная работа была поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований (проект 18-29-12064 мк).

Список литературы:

- [1] J. A. Thornton, *Ann. Rev. Mater. Sci.*, **7**, 239 (1977).
- [2] R. Winand, *Electrochim. Acta*, **39**, 1091 (1994).
- [3] L.V. Pugolovkin, E.E. Levin, N.A. Arkharova, A.S. Orekhov, D.E. Presnov, G.A. Tsirlina, *J. Electroanal. Chem.*, (2020) doi: 10.1016/j.jelechem.2020.114521.

Низкотемпературное исследование тонких пленок CZTSe

Станчик А.В.¹, Чумак В.А.¹, Гременок В.Ф.¹, Шёлковая Т.В.¹, Барайшук С.М.²

¹ГНПО «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению»

²УО «Белорусский государственный аграрный технический университет»

e-mail: alena.stanchik@bk.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.76.18.073

Тонкие пленки $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$ (CZTSe) являются перспективными в качестве светопоглощающего материала для гибких солнечных элементов (СЭ). Поскольку CZTSe состоит из широко распространенных, дешевых и малотоксичных элементов. Рекордная эффективность гибких СЭ на основе пленок CZTSe составляет 6,48 % [1]. Целью работы является исследование элементного состава пленок CZTSe, нанесенных на фольгу из Mo, а также исследование кристаллической структуры CZTSe в интервале 100–300 К.

Тонкие пленки CZTSe были получены путем селенизации последовательно электроосажденных прекурсоров Cu/Sn/Zn на подложку из фольги Mo [2]. Данные элементного состава получены с помощью электронного микроскопа HELIOS Nanolab 650 (FEI). Исследование пленок CZTSe в интервале температур 100–250 К изучали на рентгеновском дифрактометре TUR-62M ($\lambda = 0,1541$ нм), оборудованном низкотемпературной камерой Rigaku. Анализ фазового состава и определение параметров элементарной ячейки осуществлялись с помощью программ «Match» и «MAUD» соответственно.

Полученные данные элементного состава пленок CZTSe (табл. 1) указывают на дефицит меди и избыток цинка в их составе, что соответствует оптимальному составу для получения высокоэффективных СЭ [3].

Табл. 1. Элементный состав и атомные соотношения тонких пленок CZTSe

Элементный состав, ат. %				Соотношение	
Cu	Zn	Sn	Se	Cu/(Zn+Sn)	Zn/Sn
25,07	15,39	10,14	49,40	0,98	1,51

Рентгенограммы пленок CZTSe (рис.1), полученные в интервале температур 100–250 К, демонстрируют пики характерные для тетрагональной структуры CZTSe (COD №96-722-0527). На рентгенограммах также присутствуют пики от Mo (COD №96-900-8544) и MoSe_2 (COD №00-077-1715). Полученные результаты хорошо согласуются с рентгенофазовым анализом тонких пленок CZTSe, нанесенных на подложку из Mo-фольги, при комнатной температуре [2].

Из рис. 2 видно, что параметры элементарной ячейки CZTSe линейно уменьшаются с изменением температуры от 300 до 100 К. Коэффициенты термического уширения пленок CZTSe, рассчитанные по формулам (1) и (2), составляют $1,32 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ и $6,59 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ соответственно. Среднее значение коэффициента α составляет $9,87 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, что примерно в два раза больше, чем

для монокристаллов CZTSe ($5,4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [4] и практически близко к значению для тонких пленок CZTSe, нанесенных на фольгу из Ti ($8,4\text{--}8,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [5].

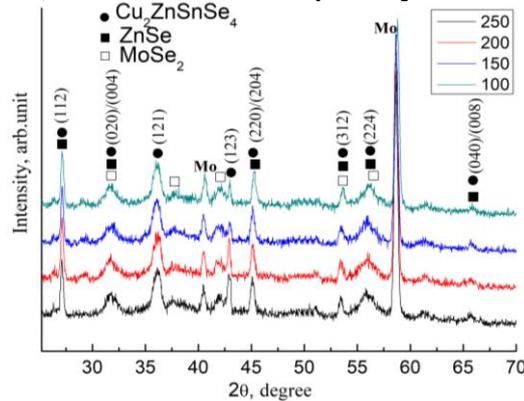


Рис. 1. Рентгенограммы тонких пленок CZTSe в интервале температур 100–250 К

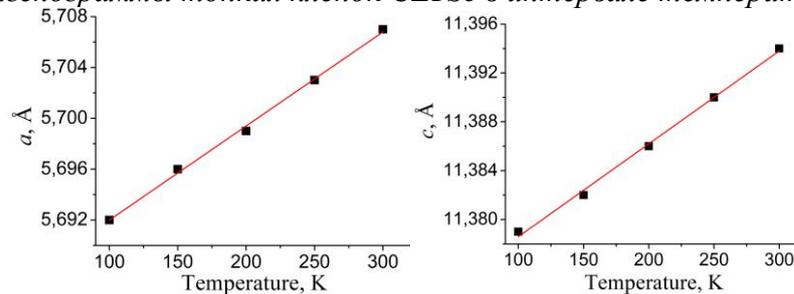


Рис. 2. Температурные зависимости параметров элементарной ячейки пленок CZTSe

$$\alpha_a = (a_T - a_{300})/a_{300}(T - 300) \quad (1)$$

$$\alpha_c = (c_T - c_{300})/c_{300}(T - 300) \quad (2)$$

где a_T и c_T – параметры элементарной ячейки при 100 К, a_{300} и c_{300} – параметр элементарной ячейки при 300 К.

Таким образом, исследование элементного состава пленок CZTSe показало обеднение медью и обогащение цинком их состава, что соответствует критерию получения высокой эффективности СЭ на их основе. С помощью рентгеноструктурного анализа установлено, что пленки CZTSe, осажденные на подложку из фольги Мо, обладают тетрагональной кристаллической структурой устойчивой в широком интервале температур (100–300 К).

Данная работа была поддержана Белорусским республиканским фондом фундаментальных исследований (проект № Т19М-022 и Ф20М-096).

Список литературы:

1. A.V. Stanchik, S.M. Baraishuk, M. Wiertel and M. Budzynski, *Международная научно-техническая конференция «Энергосбережение – важнейшее условие инновационного развития АПК»*, 19-20 декабря 2019 г., Минск, Беларусь, 291–294 (2019).
2. А.В. Станчик, В.Ф. Гременок, С.А. Башкиров, М.С. Тиванов, Р.Л. Юшкенас, Г.Ф. Новиков, Р. Герайтис и А.М. Саад, *Физика и техника полупроводников*, 52(2), 227–232 (2018).
3. S. Das, K.C. Mandal and R.N. Bhattacharya, *Semiconductor Materials for Solar Photovoltaic Cells*, Switzerland (2016).
4. A.U. Sheleg, V.G. Hurtavy and V.A. Chumak, *Crystallography reports*, 60(5), 758–762 (2015).
5. S. Yazici, M.A. Olgar, F.G. Akca, A. Cantas, M. Kurt, G. Aygun, E. Tarhan, E. Yanmaz and L. Ozyuzer, *Thin Solid Films*, 589, 563–573 (2015).

Секция 4.
Растровая электронная и ионная микроскопия.
In-situ исследования в РЭМ

Люминесценция ионов Eu^{3+} в наноструктурных плёнках нитрида углерода $\text{CN}_x:\text{Eu}_y\text{O}_z$, полученных с помощью DC-магнетрона

Шемченко Е.И., Глазунова В.А., Яковец А.А.

ГУ «Донецкий физико-технический институт им. А.А.Галкина», г.Донецк, ДНР
e-mail: shemal@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.97.56.042

Материалы, свойства которых определяются не только собственными химико-физическими свойствами их компонентов, но и свойствами, зависящими от размерности структуры, сейчас являются самыми перспективными из исследуемым. В частности, это наноструктурные углеродные плёнки, легированные редкоземельными металлами, которые сочетают все преимущества наноразмерных углеродных компонентов, и уникальные свойства редкоземельных ионов [1-5].

Тонкие пленки $\text{CN}_x:\text{Eu}_y\text{O}_z$ были получены методом DC-магнетронного распыления комбинированной углерод-металлооксидной мишени в азотной атмосфере. Особенностью получения данных наноструктурных плёнок является без каталитический рост углеродных компонентов [5].

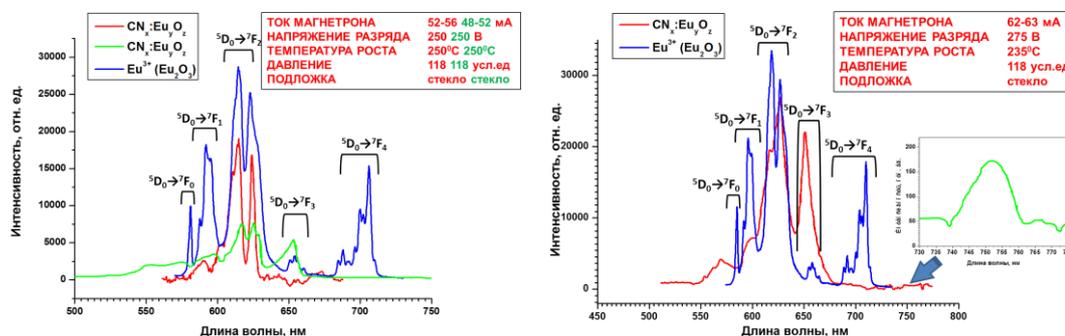


Рис.1 Спектры люминесценции плёнок $\text{CN}_x:\text{Eu}_y\text{O}_z$, полученных при различных параметрах DC-магнетронного распыления в сравнении со спектром люминесценции исходной легирующей примеси Eu_2O_3 . Длина волны возбуждения 266 нм, концентрации ионов европия 3,5%.

В образцах получена стабильная интенсивная люминесценция трёхвалентных ионов европия Eu^{3+} при возбуждении на длине волны 266 нм при концентрации ионов до 3,5%. Высокая интенсивность полос люминесценции объясняется оптимальным лигандным окружением и сенсбилизацией иона европия кислородом, а также эффектами без излучательного переноса энергии возбуждения в системе «наноструктурная углеродная матрица – ион европия». Дополнительно наблюдается слабый пик люминесценции в полосе 740 - 765 нм,

связанный с эффектами, определяемыми размерностью наноструктуры матрицы. Соответственно для плёнки с аморфной углеродной матрицей люминесценция не наблюдается.

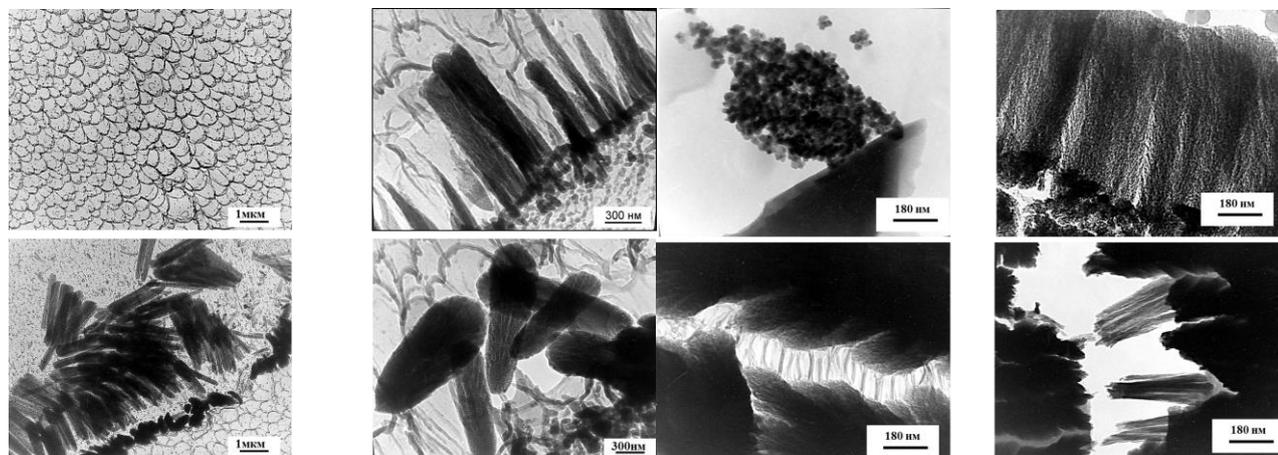


Рис.2 2-D изображения плёнок $CN_x:Eu_yO_z$, полученных методами ПЭМ, JEM200A, фирма «JEOL» при различном увеличении.

Методами электронной микроскопии было определено, что плёнки состоят из массивов наноколонн и нанотрубок, растущих перпендикулярно подложке. Преимущественный диаметр одиночных наноколонн и нанотрубок составляет от 20 до 40 нм, пучков нанотрубок и наноколонн от 150 до 300 нм. Длина наноструктурных элементов равна толщине плёнки, при этом возможный переходной слой «подложка-плёнка» не обнаружен.

Многослойные нанотрубки имеют булавообразное строение с поперечными перемычками, и могут объединяться в плотно упакованные пучки, как и наноколонны. Особенности наноструктуры плёнок определяются параметрами работы DC-магнетрона, и количеством легирующей примеси в мишени DC-магнетрона [2-4].

- [1] H. Haberland, Bernd von Issendorff, Ji. Yufeng, T. Kolar, *Phys. Rev. Lett.*, **v.69**, №22, p.3212 – 3215 (1992).
- [2] H. Haberland, M. Karrais, M. Mall, M. Moseler, Y. Thurner, *Mater. Sci. Eng. B.*, **v.19**, №1-2, p.31 – 36 (1993).
- [3] Ю.Д.Третьяков, А.В.Лукашин, А.А.Елисеев, *Russian Chem. Reviews*, **73**, №9, p.899–921 (2004).
- [4] O. Kenichi, J. Heremans, C. F. de las Casas, B. A. Myers, B. J. Aleman, A. C. Bleszynski Jayich, D. David, *Appl. Phys. Lett.*, **v.105**, №4, p.052406-1 - 052406-6 (2014).
- [5] E.I.Shemchenko, K.V.Gumennyk, V.V.Rumyantsev, *Journal of Nanoscience with Advanced Technology*, **v.1**, №1, p.1–5 (2015).

Микроморфология и элементный состав органо - минеральной смеси с цеолитом

Мотылева С.М.¹, Зубкова Т.В.², Дубровина О.А.²

¹ ФГБНУ «Всероссийский научно исследовательский институт садоводства и питомниководства»

² ФГБОУ ВО «Елецкий государственный университет им. И.А.Бунина»

e-mail: motyleva_svetlana@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.52.11.058

Наноструктурная организации и химический состава природных минералов (цеолита) в смеси с органическим комплексом является определяющей при изучении их действия, как мелиорантов, которое связано с ограничением передвижения многих химических элементов в природных средах (почва, вода) [1]. Методом сканирующей электронной микроскопии на аналитическом микроскопе JEOL JSM 6010 LA была изучена органо – минеральная смесь, используемая в технологии выращивания рапса. Исследования частиц смеси при увеличениях 1000 – 10000 раз позволили получить уникальные сведения об особенностях морфологии поверхности и установить минеральный состав.

Было выявлено наличие множества естественно сформированных макро (>200нм) и микропор (от 0,6-07 до 1,2-1,6 нм), которые принадлежат частицам цеолита и образуют чрезвычайно развитую внутреннюю поверхность (рис.1). Именно в объеме макро и микропор происходит основное поглощение (сорбция) за счет ван-дер-ваальсовых сил неспецифического взаимодействия и именно их наличие будет оказывать влияние на фильтрационные и транспортные свойства смеси.

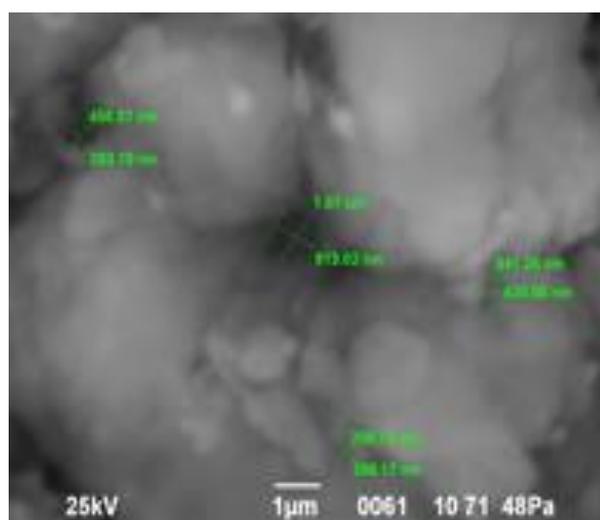


Рис.1. Характерные размеры пор образцов органо-минеральной смеси”

Методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии определен элементный состав смеси, в котором надежно идентифицированы 11 элементов (рис.2). Содержание элементов рассчитано в масс%. Порядок элементов следующий: $P \geq K > Ca > Co > Mg > Si > S \geq Na > Fe > Cu > Zn$.

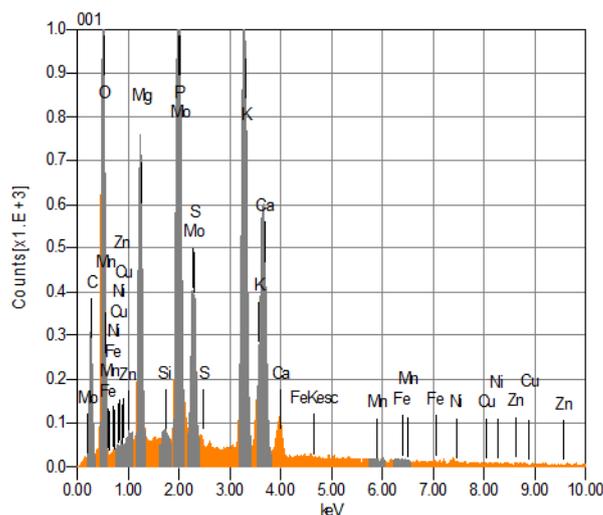


Рис.2. Минеральный состав органо-минеральной смеси

Впервые с помощью электронного микроскопа охарактеризована весьма сложная по составу и строению органо - минеральная (цеолитсодержащая) смесь. Определены размеры пор, которые участвуют в процессах сорбции – десорбции при внесении смеси в почву. Установлен минеральный составов и убывающий ряд элементов.

Список литературы:

- [1] S. Motyleva, R. Shchuchka, V. Gulidova, M. Mertvicheva. *Proceedings of 23rd Scientific Conference of Microscopy Society Malaysia (10–12 December 2014, Tronoh, Malaysia) AIP Conference Proceedings - American Institute of Physics*, p. 020073-1-020073-4.(2015).

Данная работа была поддержана грантом РФФИ 19-44-480003.

Методы пробоподготовки материалов сфокусированным ионным пучком для аттестации их структурно-фазового состояния после имитационного облучения ионами в ускорителе с помощью электронной микроскопии

Васильева Е.А., Петров С.Н., к.х.н., Михайлов М.С., Марголин Б.З., д.т.н.

НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»

e-mail: jenika.spb@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.56.49.059

При разработке новых материалов для внутрикорпусных устройств (ВКУ) реакторов типа ВВЭР одной из основных задач является исследование их радиационной повреждаемости. Известно, что высокие дозы нейтронного облучения при температурах более 300 °С приводят к интенсивному снижению пластичности и трещиностойкости за счет формирования дислокационных петель, повышения плотности дислокаций и дисперсионного упрочнения выделяющимися радиационно-индуцированными фазами (РИФ). Оперативное получение информации по радиационному повреждению в реакторных материалах при высоких дозах обеспечивает облучение в ионных ускорителях за счёт на 2-3 порядка большей скорости набора повреждающей дозы, чем при классическом методе реакторного облучения образцов-свидетелей.

Вследствие интенсивного взаимодействия с облучаемым материалом ускоренные ионы рассеиваются в поверхностном слое толщиной, порядка 2-4 мкм. При этом распределение повреждающей дозы по толщине слоя не однородно, наличествует также область имплантированных ионов, которая не является представительной для исследований радиационных повреждений. Ввиду больших градиентов дозы по толщине облученного слоя исследование РИФ, радиационно-индуцированных сегрегаций (РИС) и радиационного набухания посредством просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) методически трудно выполнять на базе анализа фольг, приготовленных в плоскости параллельной облучаемой поверхности. При изготовлении таких фольг сложно обеспечить одно и то же расстояние от поверхности с точностью до 50 - 100 нм.

Для того чтобы избежать указанных погрешностей, исследование материала должно быть выполнено вдоль траектории частиц, т.е. по глубине облученного слоя. В этом случае могут быть получены данные по набуханию, РИФ и РИС, однозначно связанные с повреждающей дозой. Для проведения такого рода исследований НИЦ «Курчатовский институт»- ЦНИИ КМ «Прометей» (Санкт-Петербург) и АО ГНЦ ФЭИ им. А.И. Лейпунского (г. Обнинск) совместно разработана технология облучения и исследования

микрообразцов, вырезаемых вдоль трека пробега ионов. Эта прецизионная технология осуществлена на растровом двулучевом электронно-ионном микроскопе LYRA 3XM фирмы Tescan, оснащённом необходимым комплектом оборудования для извлечения из поверхности облученного в ускорителе образца микроламель и их последующего утонения, обеспечивающего возможность дальнейшего исследования в ПЭМ. Для подготовки перпендикулярных поверхности образца кросс-секций (для предварительного контроля интенсивности набухания) и микроламель (непосредственно переносимых в ПЭМ) реализована технология, включающая травление сфокусированным ионным пучком, напыление защитных и крепёжных платиновых масок с использованием газо-инжекционной системы и работу с микропипеткой в камере микроскопа для безопасного переноса на держатель готовых образцов.

Эффекты накопления заряда в диэлектриках при исследовании методами сканирующей ионной микроскопии

Петров Ю.В., Аникьева А.Э., Григорьев Е.А., Барабан А.П., Вывенко О.Ф.

Санкт-Петербургский государственный университет, наб. Университетская, 7/9, Санкт-Петербург, 199034

e-mail: y.petrov@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.17.17.060

При облучении диэлектрических материалов ионным пучком имеет место накопление электрического заряда в облучаемом материале. Данный процесс хорошо известен и наблюдается как при обработке материалов сфокусированным ионным пучком, так и при получении изображений методами ионной микроскопии [1,2]. Процесс накопления заряда приводит к изменению потенциала поверхности, что негативно сказывается на качестве получаемых структур и изображений. В связи с этим разработано значительное количество методов компенсации накапливаемого заряда, таких как нанесение проводящего покрытия и компенсация заряда потоком электронов, в то время как количественному описанию самого процесса накопления заряда посвящено весьма ограниченное число работ [3,4].

В данной работе проведено экспериментальное исследование влияния облучения материалов сфокусированным гелиевым ионным пучком на ионно-индуцированную эмиссию электронов из пленок диоксида кремния и нитрида кремния. Предложена количественная модель пространственного распределения формирующегося заряда, а также модель описывающая изменение потенциала поверхности в процессе сканирования сфокусированным ионным пучком.

В работе исследовались образцы пленок нитрида и диоксида кремния различных толщин на кремниевой подложке. Облучение ионами He^+ с энергиями от 12 до 36 кэВ проводилось с использованием сканирующего ионного гелиевого микроскопа Zeiss ORION. Исследуемый образец помещался в центр заземленной полусферической сетки. Вторичные электроны регистрировались с использованием детектора Эверхарта-Торнли. Распределение вторичных электронов по энергиям исследовалось методом задерживающего потенциала. Для исследования кинетики накопления заряда при локальном облучении сфокусированный пучок ионов непрерывно воздействовал на одну точку образца, при этом регистрировалось изменение сигнала вторичных электронов. Кроме того, проводилось сканирование квадратных областей размерами от 100 нм до 800 мкм с регистрацией сигнала вторичных электронов в каждой точке.

Показано, что сигнал вторичных электронов уменьшается со временем воздействия ионного пучка. При этом возможна ситуация динамического

равновесия, которая соответствует сквозному проникновению ионов через пленку диэлектрика в подложку. При сканировании квадратных областей наблюдается динамическое изменение сигнала вторичных электронов при переходе от одной точки сканирования к другой, при уменьшении размеров области сканирования преобладает быстрый спад сигнала к нулевому значению.

Предложена упрощенная модель распределения заряда захваченного в слое диэлектрика, параметры которой определяются из сравнения с результатами эксперимента. На основании полученных данных разработана модель, описывающая динамику изменения выхода вторичных электронов при сканировании квадратных областей. Проведено сравнение результатов моделирования с экспериментальными результатами для числа ионов, попавших в одну точку сканирования от 1 до 20. Экспериментальные результаты удовлетворительно согласуются с предложенной моделью (рис1).

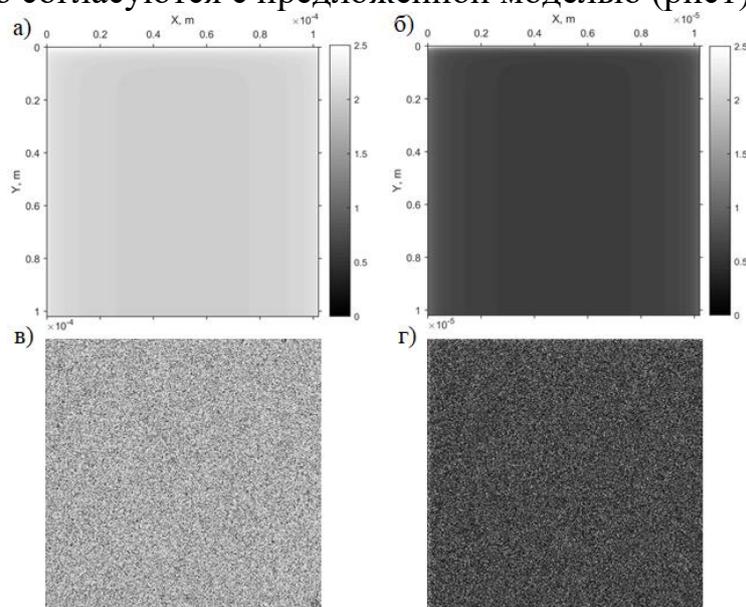


Рис.1. а),б) Модельное распределение выхода вторичных электронов из нитрида кремния при сканировании областей размером а) 100 мкм и б) 10 мкм, соответствующие им изображения, полученные экспериментально в) и г).

Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования междисциплинарного ресурсного центра СПбГУ по направлению «Нанотехнологии»

Список литературы:

- [1] J. Shi, M. Famá, B.D. Teolis et.al., *Nuclear Instr. Meth. Phys. Res. B*, **268**, 2888 (2010)
- [2] К.Ф. Миннебаев, Э.И. Рау, А.А. Татаринцев, *ФТТ*, **61**, 1090 (2019)
- [3] K. Ohya., *J. Vac. Sci. and Tech. B*, **32**, 06FC01 (2014)
- [4] S. Yogev, J. Levin, M. Molotskii et.al., *J. Appl. Phys.*, **103**, 064107 (2008)

Исследование оптических свойств и диффузионной длины в Ga_2O_3 методами РЭМ

Якимов Е.Б.

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка.
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва
e-mail: yakimov@iptm.ru,*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.14.061

Моноклинная модификация $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ в настоящее время привлекает большое внимание как перспективный широкозонный материал для опто и силовой электроники. Для его успешного использования необходимы детальные исследования электрических и оптических свойств. Исследования $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ методами фото- и катодоллюминесценции проводились в целом ряде работ, однако интерпретация полученных результатов достаточно неоднозначна.

В настоящей работе проведено исследование оптических свойств $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ методом катодоллюминесценции. Исследования проводились в растровом электронном микроскопе JSM 6490 с использованием системы MonoCL3 в интервале температур 80-350 К. На большинстве исследованных образцов $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ спектр люминесценции, как и в большинстве работ других авторов, имел форму широкого пика без ярко выраженных особенностей, что приводит к тому, что его разложение на отдельные компоненты достаточно неоднозначно. Однако спектр, измеренный в настоящей работе при разных температурах на образцах, легированных Mg, имел целый ряд особенностей, что повысило надежность разложения. Было показано, что в спектре присутствуют 4 линии с энергиями 3.29, 3.09, 2.84 и 2.55 эВ. Положение максимумов линий излучения практически не зависело от температуры, что еще больше повышало надежность разложения. Измеренные температурные зависимости интенсивностей отдельных компонент спектра позволили обсуждать связь между ними. Исследование образцов, легированных Fe, позволило выявить узкие линии вблизи 1.8 эВ, связанные с внутрицентровым переходом ${}^4\text{T}_1 \rightarrow {}^6\text{A}_1$ в Fe^{3+} .

Показано, что в кристаллах $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ диффузионная длина имеет субмикронные значения, поэтому наиболее надежные данные получаются из измерений зависимости наведенного тока от энергии пучка. Обсуждаются особенности измерения диффузионной длины в этих кристаллах.

Работа частично поддержана РФФИ (грант 18-02-00035).

Визуализация процессов адгезии и пролиферации стромальных и эпителиальных клеток на матриксах различного типа на основе биосовместимых полимеров в сэм

Пацаев Т.Д., Камышинский Р.А., Васильев А.Л.

НИИЦ Курчатовский Институт
e-mail: timpatsaev@mail.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.22.49.062

Тканевая инженерия — активно развивающееся в настоящее время направление. Одним из важных аспектов является подбор биоадекватного каркаса тканеинженерной конструкции — матрикса.

В работе исследованы полимерные матриксы из различных материалов 3 видов: из нетканого материала, губки и плёнки. Исследование проводилось сначала без клеток, а затем с клетками выращенными *invitro* и *invivo* в мышцах.

Изображения были получены с использованием СЭМ Versa 3D SEM/FIB DualBeam (FEI, США) в режиме высокого вакуума для образцов без клеток и в ESEM режиме, позволяющим поддерживать газообразную влажную среду, для образцов с клетками [1].

На первом этапе были получены изображения образцов без клеток при разных увеличениях, что позволило предположить влияние их морфологии на адгезию клеток. На втором этапе были исследованы образцы с выращенными на них *invitro* клетками. На основании этих результатов были получены данные о совместимости клеток с матриксами. На третьем этапе были исследованы образцы, клетки на которых выращивались *invivo* в мышцах на протяжении 36 дней. Данный этап помог определить степень приживаемости имплантов в живом организме.

Новый метод исследования тканеинженерных конструкций на основе ацеллюлярных дермальных матриксов в режиме естественной среды позволил получить новые данные о структуре без необходимости высушивания образцов и воздействия высокого вакуума в электронном микроскопе.

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда. Грант №17-13-01376 «Визуализация процессов адгезии и пролиферации стромальных и эпителиальных клеток на матриксах различного типа на основе биосовместимых полимеров.»

Список литературы:

[1] de Jonge, N.; Ross, F.M. (2011). "Electron microscopy of specimens in liquid". *Nature Nanotechnology*. 6 (8): 532–6.

Исследование сверхтонких плёнок цинка и оксида цинка, полученных методом лазерной абляции, с помощью сканирующей электронной микроскопии

Леонов Н.Б.¹, Полищук В.А.², Томаев В.В.^{3,4}, Варганян Т.А.¹

¹ Университет ИТМО, 197101 Санкт-Петербург, Россия

² Университет морского и речного флота им адмирала С.О. Макарова

³ Санкт-Петербургский горный университет, Россия, 199106

⁴ Санкт-Петербургский государственный технологический институт, Россия, 190013

e-mail : nikitaleonov@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.24.80.063

Широкозонные полупроводники применяются во многих областях техники: электронных приборах, газовых сенсорах, солнечных элементах и ряде других. Оксид цинка занимает одно из лидирующих мест по широте использования среди прочих широкозонных полупроводников вследствие химической и температурной стабильности, относительной простоты получения и низкой стоимости.

Сверхтонкие пленки металлического цинка и оксида цинка (единицы нанометров) были получены путем лазерного распыления в самодельной вакуумной камере при вакууме не хуже 2×10^{-5} Торр. Луч лазера, проходя через окно из плавленого кварца, фокусировался линзой, проходил через подложку, расположенную близко к линзе, и попадал на мишень, представляющую собой металлический цинк (чистота 99.99). Энергия импульсов второй гармоники Nd:YAG лазера (SOLAR Laser Systems, Минск), на длине волны 532 нм составляла 75 мДж. Толщина пленок определялась длительностью напыления. Спектры экстинкции плёнок были получены с помощью спектрофотометра СФ-56 (ЛОМО). Спектры флюоресценции измерялись с помощью спектрофлуориметра RF-5301PC (Shimadzu).

На рис. 1 представлены спектры экстинкции для плёнок разной толщины. По мере увеличения толщины плёнки (кривые 2 и 3) плазменная полоса сдвигается в длинноволновую сторону. Этот эффект, хорошо известный также и для серебряных островковых пленок, обусловлен увеличением размера отдельных наночастиц, их уплощением по сравнению с полусферической формой, а также взаимным влиянием наночастиц, расстояния между которыми уменьшаются по мере увеличения количества осажденного материала. Широкая плазменная полоса, пологие максимумы, говорят о том, что островки имеют большой разброс по размерам и формам. Вместе с тем некоторые наблюдения (например, отсутствие изменений в спектрах при отжиге (кривая 4), отсутствие

провалов при облучении плёнки лазерными импульсами) позволяют предположить, что плёнка может быть не островковой, а сплошной с существенными неоднородностями, ответственными за плазмонный резонанс. Так это или нет, будет установлено с помощью дополнительных исследований. Изображение пленки, соответствующей кривой 2 в спектрах экстинкции, полученное в сканирующем электронном микроскопе, приведено рядом со спектрами.

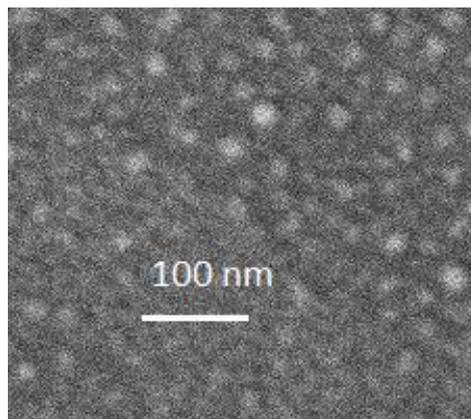
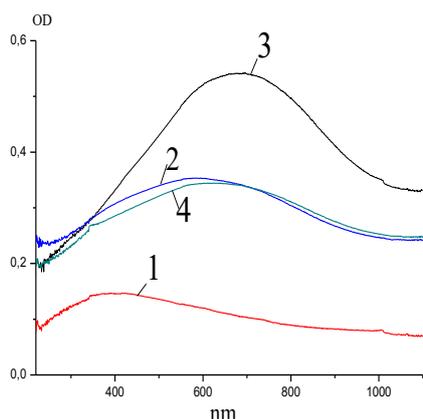


Рис. 1. а) – Зависимость оптической плотности (OD) от длины волны для плёнок цинка разной толщины (1,2,3). Толщина плёнки, соответствующая кривой 2 – 4 нанометра. Кривая 4 – плёнка, соответствующая кривой 2, отожжённая при 180 °С в течение 10 минут. б) – микрофотография плёнки цинка. Соответствует кривой 2 на рисунке а).

При нагреве пленки цинка на воздухе в муфельной печи при температуре 360 °С в течение нескольких часов цинк полностью окислялся. Полученная пленка обладает двумя пиками люминесценции: на длинах волн 360 и 558 нанометров.

Получение тонких плёнок окиси цинка методом лазерной абляции цинка с последующим окислением имеет определённые преимущества: этот метод позволяет легко менять температуру окисления, допировать окись цинка различными металлами, изменять соотношение между цинком и кислородом, изменяя тем самым оптические свойства окиси цинка, то есть легко управлять процессом создания функциональных наноструктур на основе металлического цинка и оксида цинка.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-02-00167.

Сканирующая электронная микроскопия взаимодействия шовного материала с биотканями при лазерных воздействиях

Байбеков И.М., Мардонов Ж.Н., Бутаев А.Х.

*Республиканский научно-практический медицинский центр хирургии им акад. В. Вахидова.
г. Ташкент, Узбекистан.*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.95.81.064

Взаимодействие различных видов шовного материала с биотканями и влияние на этот процесс лазерного излучения с использованием сканирующей электронной микроскопии - СЭМ не изучены.

Для СЭМ биоптаты СОПР и фрагменты использованных протезов после фиксации 1% растворе глутарового альдегида и четырёхокисью осмия, подвергали обезвоживанию в спирте-ацетоне, затем высушивали методом критической точки в аппарате НСР-2 и напыляли золотом в аппарате ИВ-2. Исследовали в электронном микроскопе Hitachi S405A.

Фотографирование проводили с помощью цифровой зеркальной камеры Canon с экрана монитора микроскопа.

Микрофотографии подвергали компьютерной обработке на компьютере Pentium IV с использованием программы Windows Professional. Раны облучали лазером «Матрикс-ВЛОК» с головкой «КЛ-ВЛОК», длина волны 0,63 мкм, выходная мощность 2 мВт.

Исследования с помощью СЭМ рельефа полифиламентных нитей с помощью СЭМ показало, что последние отличаются довольно рыхлым расположением филамент, особенно значительными пространствами между их пучками. При взаимодействии нитей с тканями ран между филаментами определяются скопления клеток соединительной ткани и фибрина (рис. 1, 2). Лазерное воздействие на раны приводит к выраженному уменьшению числа соединительнотканых клеток и фибрина между филаментами (рис. 3,4).

Светооптические наблюдения также показали существенное снижение уровня воспалительных реакций в ранах после их облучения лазерами.

Таким образом, лазерные воздействия уменьшают проявление воспалительных реакций и ускоряют заживление ран.

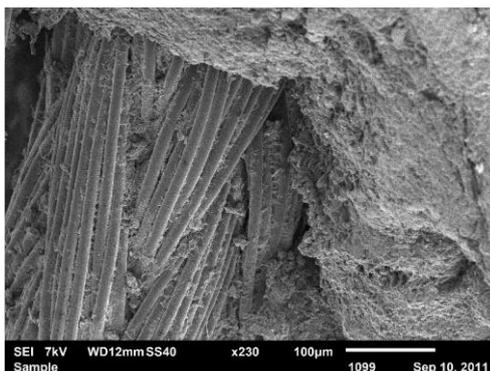


Рис. 1. Мышца. Нить Этибонд.
Контрольная группа 7 дн. раны
СЭМ x 230.

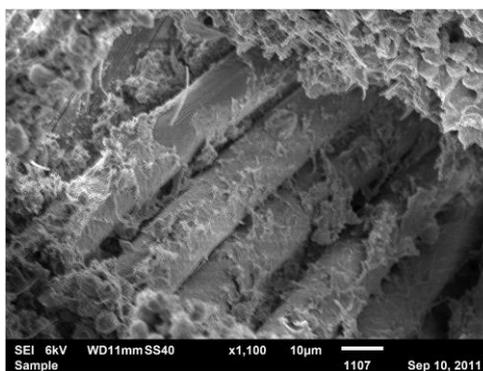


Рис.2 Кожа. Нить Этибонд
Контрольная группа 7 дн. Раны
СЭМ x 1100.

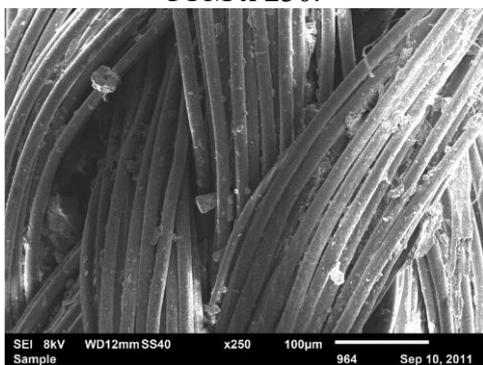


Рис.3. Кожа. Нить Этибонд 7 раны
дн п/о с аппаратом
«МАТРИКС-ВЛОК».
СЭМ x 250.

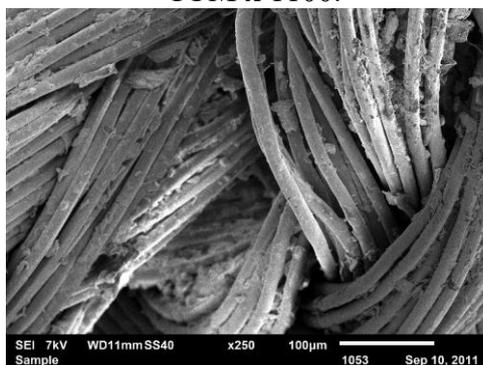


Рис.4. Кожа. Нить Этибонд 15 дн раны п/о
с аппаратом «МАТРИКС-ВЛОК».
СЭМ x 250.

Синтез нанопленок методами магнетронного распыления

Грачев В.И.¹, Марголин В.И.², Потапов А.А.³, Тупик В.А.²

¹ Научно-производственная компания "Аверс", Москва, Россия

² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ",
Санкт-Петербург, Россия,

³ Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия
e-mail: *corresponding_v.margolin@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.83.065

Необходимость совершенствования нанотехнологии заставляет использовать для синтеза тонких наноразмерных пленок технологические процессы с более высокой энергетикой, чем термическое вакуумное напыление. Такие, как магнетронное распыление с использованием дугового разряда. Многофакторность этой технологии приводит к тому, что исследования и модернизация этих процессов продолжаются и, по-видимому, их совершенствование и изучение будет продолжаться еще долго [1]. Одной из целей подобных работ является разработка способа управляемого получения структурированных наноразмерных пленок, который позволил бы за один технологический цикл создать регулярную упорядоченную структуру, в частности фрактальную [2].

Эффективным типом таких устройств является устройство магнетронного ионного распыления (МИР), в котором формируется плазма аномального тлеющего разряда, в которую попадают нейтральные атомы мишени, выбитые из нее потоком падающих ионов плазмы и в дальнейшем осаждающиеся на подложке и формирующие наносимое покрытие. К недостаткам устройств МИР относится низкая степень ионизации паров напыляемого вещества, которая составляет 5-10%, что приводит к ухудшению адгезии наносимого покрытия. С другой стороны установки МИР не позволяют произвести нагрев подложек непосредственно перед нанесением покрытия [3]. Поэтому целесообразным представляется использование - катодно-ионной бомбардировки с использованием дугового разряда. Однако, при этом образуется капельная фаза, причем размеры капель могут быть существенно больше толщины синтезируемой пленки. Кроме того возможен локальный перегрев рабочего пятна на мишени и взрывное испарение.

Для повышения однородности и адгезии получаемых тонкопленочных покрытий необходимо модернизировать устройства дугового распыления, Сочетать высокую адгезию получаемых пленок и однородность покрытий в технологическом процессе желательно при отсутствии конструктивных изменений в штатных блоках и схемах. Этой цели можно достичь путем

размещения в вакуумной камере штатной установки (например, "Булат 6") дополнительного магнетронного распылительного устройства, к которому дополнительно подключен последовательно через резистор блок питания подложек и параллельно резистору подключен специальный выключатель. К держателю подложек подключены через переключатель блок питания подложек, дополнительный источник питания переменного тока и дополнительный источник питания постоянного тока [4].

Для повышения однородности и чистоты получаемых тонкопленочных покрытий необходимо также повысить качество процесса ионной очистки подложек. Это достигается за счет того, что источник питания переменного тока подключен к переключателю последовательно через конденсатор, а внутри вакуумной камеры над держателем подложек размещен дополнительный электрод, находящийся под одним электрическим потенциалом с держателем подложек [5].

Обсуждаются результаты синтеза наноразмерных пленок различных материалов и их исследований методами электронной микроскопии.

Благодарности: The authors would like to acknowledge the financial support of this work by the Ministry of the Education and Science of the Russian Federation (basic state assignment No. 8.7130.2017/8.9), and the Russian Foundation for Basic Research, project no. 18-08-01356, and by the "Leading Talent Program in Guangdong Province" program at the Jinan University (China, Guangzhou), project no. 00201502, 2016–2020.

Список литературы

[1] В.И. Грачев, В.А. Жабрев, В.И. Марголин, В.А. Тупик Основы синтеза наноразмерных частиц и пленок.- Ижевск, Изд-во "Удмуртия", 2014. 480 с

[2] Способ получения тонких пленок с фрактальной структурой. Серов И.Н., Марголин В.И. Патент РФ на изобретение № 2212375, приоритет от 14.11.2002, выдан 20.09.2003, МКП 7 В 82 В 3/00, Опубл. 20.09.2003, Бюл. № 26.

[3] Каштанов П.В., Смирнов Б.М. и Хипплер Р., УФН, 2007, Т. 177, №5.- С. 473-510.

[4] Устройство для нанесения тонкопленочных покрытий. Ефремов С.В., Старобинец И.М., Тоисев В.Н., Марголин В.И., Тупик В.А. Патент РФ на полезную модель № 144198, приоритет от 14 апреля 2014, опубл. 10.08.2014, бюл. № 22.

[5] Устройство для нанесения тонкопленочных покрытий. Ефремов С.В., Марголин В.И., Старобинец И.М., Тоисев В.Н., Тупик В.А. Патент РФ на полезную модель № 154033, приоритет от 07 апреля 2015, опубл. 10.08.2015, бюл. № 22.

Исследования эволюции полос сдвига на поверхности аморфных массивных сплавов на основе Zr после интенсивной пластической деформации

Дрозденко А.А., Мирончук Б.С., Першина Е.А., Аронин А.С.

Россия, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твёрдого тела РАН

e-mail: al_krylova@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.91.97.066

Уникальные свойства массивных аморфных сплавов на основе Zr, такие как высокая прочность и большой предел упругой деформации вызывают особый интерес при исследовании данных сплавов [1]. Исследование поверхностей аморфных циркониевых сплавов после интенсивной пластической деформации позволяет судить о характере разрушения, возможности образования сдвиговых полос, их морфологии и эволюции что является важным для практического применения.

Одним из методов интенсивной пластической деформации – кручение под квазигидростатическим давлением [2]. Суть метода заключается в том, что основная деформация осуществляется за счет кручения образца, помещенного между двумя пуансонами. Прилагаемое давление создает в центральной части образца область квазигидростатического сжатия, что препятствует разрушению образца, а также приложенное давление увеличивает силу трения между пуансонами и образцом.

В рамках исследования были изготовлены образцы массивного аморфного сплава состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ методом плавки во взвешенном состоянии и закалки в медную изложницу на установке для плавки во взвешенном состоянии в атмосфере сверхчистого аргона, после чего образцы нарезались на диски, толщиной ~ 1 мм и диаметром $\varnothing 8$ мм на электроискровой установке. Далее образцы подвергались интенсивной пластической деформации кручением при комнатной температуре и давлении в 6 ГПа, при различном количестве оборотов n ($n= 1; 5; 10$).

Снимки поверхностей образцов после кручения под давлением получены на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения Supra 50VP с увеличениями от 150 до 50000.

На исследованных снимках поверхности были обнаружены полосы сдвига как в плоскости вращения, так и в перпендикулярной ей плоскости, выделены несколько характерных величин расстояний между полосами, значение которых

варьируются от 80-100 нм до 3-5 мкм, а также рассчитана относительная величина деформации.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичной поддержке РФФИ (проект 19-03-00355).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

[1] A. Inoue, T. Zhang, Materials Transactions, ЛМ. Vol. 37. №. 2. (1996). pp. 185 to 187.

[2] В. А. Жорин, Д. П. Шашкин, Н. С. Еникопян, Доклады АН СССР, 1984. Т. 278. С. 144

Оценка влияния лазерного и светодиодного излучения на соотношение форм эритроцитов и микроциркуляцию в экспериментальных ранах

Каргашев В.П.¹, Байбеков И.М.², Мардонов Ж.Н.², Бутаев А.Х.²

1 «Российский государственный социальный университет» г. Москва, РФ.

2 ГУ «Республиканский специализированный научно-практический медицинский центр хирургии имени академика В. Вахидова», г. Ташкент, Узбекистан.

DOI: 10.37795/RCEM.2020.56.21.067

Известно, что воздействие низкоинтенсивного лазерного излучения (НИЛИ) и светодиодного излучения (Light Emitting Diode – LED), широко используемых в современной фототерапии, способствует нормализации соотношения нормальных и патологических форм эритроцитов в крови и интенсификации микроциркуляции. Однако сравнительные аспекты эритроцитов и микроциркуляции на экспериментальных ранах с действием НИЛИ и LED изучены недостаточно.

Цель работы: исследовать реакцию эритроцитов периферической крови и показателей микроциркуляции тканей ран, на воздействие НИЛИ и LED.

Материал и методики. С помощью сканирующей электронной микроскопии исследовали соотношение дискоцитов и патологических форм эритроцитов. Показатели микроциркуляции замерялись методом лазерной доплеровской флоуметрии с помощью аппаратов ЛАКК-01 или АЛТ-Восток ЛДФ-01.

Контрольная группа животных не подвергалась фотовоздействию. Крысы опытных групп облучались ежедневно в течение 10 дней после нанесения ран облучение (по 3 минуты на сеанс) инфракрасным (0,63 мкм) лазером «Матрикс-ВЛОК» и «Милта» или матрицами «Барва-Флекс/СИК» и «Барва-Флекс/ЗИК», светодиоды которых генерировали соответственно синее и инфракрасное или зеленое и инфракрасное излучения.

Результаты. У необлученных животных контрольной группы в ранние сроки раневого процесса имеет место снижение числа дискоцитов крови на 1/3; при этом резко возрастает число эритроцитов с гребнем и стоматоцитов (рис. 1). Доля же нормальных форм не достигает показателей нормы даже на 10-е сутки. Нарушение соотношения форм эритроцитов приводит к существенным изменениям показателей микроциркуляции периферической крови. В ходе курсового воздействия на раны НИЛИ и LED отмечена тенденция к нормализации соотношения форм эритроцитов уже в ранние сроки облучения (рис.2, 3); к 10-м суткам это соотношение приближается к норме (рис. 4). Исследование влияния фототерапии на микроциркуляцию ран показало выраженное улучшение показателей последней, обусловленное как

нормализацией соотношения форм эритроцитов крови, так и непосредственным действием света на микрососуды.

В итоге наблюдавшиеся эффекты воздействия низкоинтенсивного излучения лазеров и светодиодов способствовали ускорению заживления ран у опытных животных.

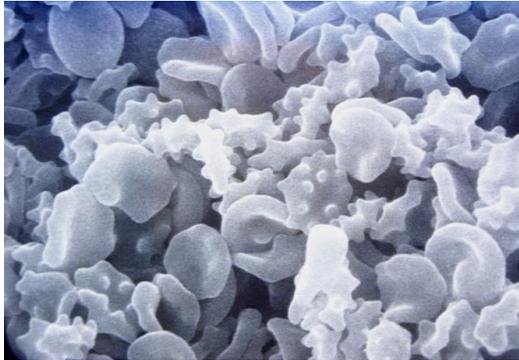


Рис. 1. Доминирование патологических форм эритроцитов в крови из области раны. 3сут. Контроль, СЭМ x2000

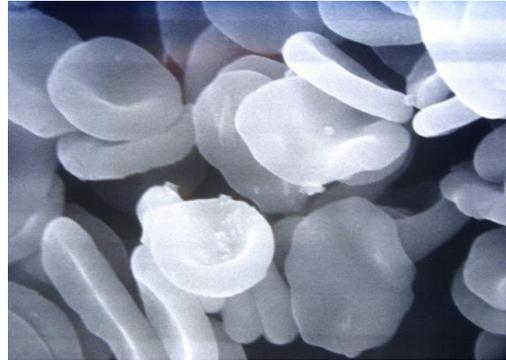


Рис.2 Доминирование дискоцитов (нормальных эритроцитов) в крови из области раны. 3сут. Воздействие НИЛИ, СЭМ x 4000

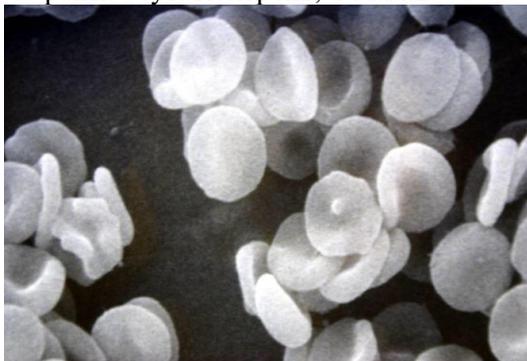


Рис.3. Доминирование дискоцитов (нормальных эритроцитов) в крови из области раны. 3сут. Воздействие LED, СЭМ x 4000



Рис.4. Доминирование дискоцитов (нормальных эритроцитов) в крови из области раны. 10 сут. Воздействие LED, СЭМ x 2000

Изменение размера алюминиевого выступа при длительном его сканировании в низковольтном РЭМ

Ларионов Ю.В.¹, Озерин Ю.В.²

¹Институт общей физики РАН

²ОАО «Микрон»)

Corresponding author E-mail luv@kapella.gpi.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.67.59.068

Контроль размеров топологических структур в нано -электронике производится с помощью специализированных низковольтных (НВ) РЭМ. Один из типов контролируемых структур – выступы в слое алюминия. Обнаружено, что при многократном сканировании одного выступа последовательностью циклов значение его ширины изменяется неожиданным образом . Характер вариации размера представлен на Рис.1.

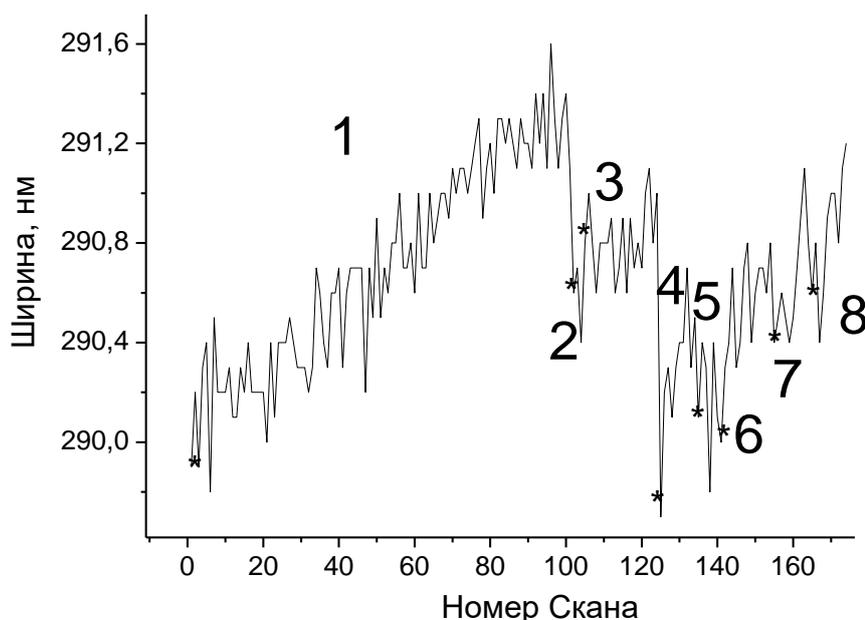


Рис..1 «Вариация ширины Al- выступа в ходе его сканировании в 8 циклах. Знаки * - начала циклов, между циклами образец хранился в атмосфере».

В частности видно, что в начале 4–го цикла значение ширины сравнимо с исходным в 1 цикле или даже меньше. Само по себе удивительное явление вариации ширины в ходе длительного сканирования металлического выступа порождает дополнительный вопрос о присутствии контаминации, которая неизбежно должна приводить к уширению этого выступа при его сканировании в РЭМе.

Ответ на эти вопросы важен не только для нанометрологии, отвечающей за воспроизводимость измерений в нанодиапазоне линейных размеров при производстве наносхем, но и для физики поверхности, объясняющей подобные необычные явления.

На наш взгляд, явление можно объяснить наличием диэлектрической пленки на поверхности выступа, способной накапливать и сохранять наведенный (электронным пучком РЭМ) электрический заряд на поверхности металлического выступа. В диэлектрической пленке, образующейся на поверхности металлического выступа в атмосферных условиях, возможно наведение электрических зарядов при воздействии на нее электронов, которые неспособны непосредственно ионизовать атомы этого диэлектрика из-за их малой энергии [1]. Локальное наведение зарядов в диэлектрическом слое способно локально изменять эмиссию медленных вторичных электронов (МВЭ) из этого слоя, формирующую изображение выступа. Это приводит к вариации расположения фрагментов участков изображения и в итоге – к изменению геометрических размеров.

В докладе будет показано как меняется локальная эмиссия МВЭ из участков поверхности нанометровых выступов в ходе сканирования и после его прекращения. Характер ее изменения определяется не только наведенными электрическими зарядами, но должен зависеть также от осаждения углеводородных частиц – от контаминации поверхности выступа. В докладе будут указаны признаки, косвенно указывающие на присутствие и на отсутствие контаминации на поверхности выступа на разных циклах сканирования. Смена характера контаминации, определяется, на наш взгляд, наведенными зарядами на поверхности выступа.

Список литературы:

- [1] Э.И. Рау, А.А.Татаринцев, Е.Ю. Зыкова, И.П.Иваненко, С.Ю.Купреенко, К.Ф. Миннебаев, А.А.Хайдаров. *ФТТ*, **59**, 599 (2017).

**Секция 5.
Сканирующая зондовая микроскопия**

Катионное замещение и формирование фаз с высокой проводимостью в кристаллах-суперпротониках

Селезнева Е.В.¹, Макарова И.П.¹, Малышкина И.А.², Гайнутдинов Р.В.¹,
Толстихина А.Л.¹, Коморников В.А.¹

¹ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

²Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

e-mail: msdmitricheva@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.51.66.001

Для изучения влияния изоморфного замещения на кинетику фазовых переходов были получены монокристаллы твердых растворов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$, принадлежащие системе $K_3H(SO_4)_2 - (NH_4)_3H(SO_4)_2 - H_2O$, крайние составы которой претерпевают суперпротонный фазовый переход с принципиально различной кинетикой. По результатам исследований комплексом физико-химических методов, установлена взаимосвязь структуры кристаллов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$ с их физическими свойствами. Обнаружено, что кристаллы, в состав которых вошло от 57 до 81 % аммония, в отличие от исходных соединений $K_3H(SO_4)_2$ и $(NH_4)_3H(SO_4)_2$, претерпевающих при нагревании суперпротонный фазовый переход с повышением симметрии (из моноклинной в тригональную сингонию), уже при комнатной температуре имеют такой же структурный тип, как у суперпротонной фазы $(NH_4)_3H(SO_4)_2$ [1]. Тригональная симметрия фазы обусловлена соотношением заселенности позиций К/Н и соответствующей координацией групп NH_4 . Оси симметрии третьего порядка соответствует разупорядочение позиций атомов кислорода, участвующих в водородных связях, что приводит к формированию системы динамически разупорядоченных водородных связей и появлению суперпротонной проводимости (рис. 1а).

Методом диэлектрической спектроскопии изучены диэлектрические свойства и проводимость монокристаллов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$ ($x \geq 0.57$) в диапазоне температур 223 – 353 К [2]. Обнаружено, что при комнатной температуре величина проводимости выращенных кристаллов твердых растворов составляет $\sim 10^{-5}$ (Ом·см)⁻¹, что соответствует проводимости исходных соединений при повышенных температурах. Величины энергии активации, полученные по данным электрического модуля и проводимости, имеют близкие значения, что указывает на то, что протоны участвуют не только в процессе проводимости, но и в процессе электрической релаксации. Анализ температурного поведения DC-проводимости показал наличие трех (для составов с $x = 0.81$ и 0.73) или двух (для состава с $x = 0.57$) температурных интервалов с различными энергиями активации, что предполагает наличие структурных переходов, обуславливающих изменение механизма протонного транспорта (рис. 1б).

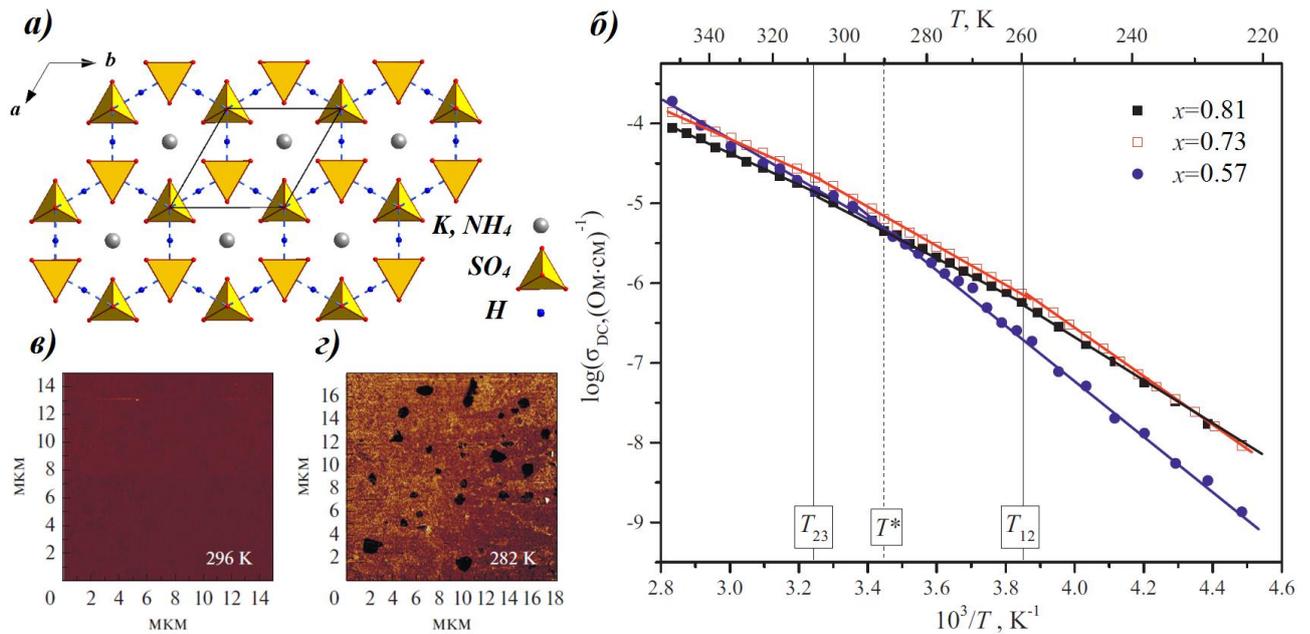


Рис.1. Структура кристаллов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$ ($x \geq 57$) (а). Сравнительная диаграмма $\log \sigma_{DC}(10^3/T)$ для трех составов с $x = 0.81, 0.73, 0.57$ (б). Фаза латерального пьезоотклика (контактная МПО) для образца с $x = 0.57$ при температурах 296 К (в) и 282 К (г)

Кристаллы $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$ ($x = 0.57$) были также исследованы методами атомно-силовой микроскопии [3]. Методом микроскопии пьезоэлектрического отклика было установлено, что при $T = 296$ К кристалл находится в парафазе (рис. 1в). При понижении температуры до 282 К был зафиксирован переход в сегнетоэлектрическое состояние (рис. 1г). На монодоменных участках исследуемого образца можно видеть небольшие домены размером около 1 мкм противоположного знака. Повторный нагрев и охлаждение образца продемонстрировал обратимость фазового перехода.

Получение и АСМ-исследования образцов проведены при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках Государственного задания ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. Структурные исследования выполнены при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-32-20050).

Список литературы:

- [1] E.V. Selezneva, I.P. Makarova, I.A. Malyskhina et al. *Acta Crystallographica*, **B73**, 1105 (2017)
- [2] И.А. Малышкина, Е.В. Селезнева, И.П. Макарова и др. *ВМУ. Серия 3. Физика. Астрономия*, №4, 48 (2019)
- [3] A.L. Tolstikhina, R.V. Gainutdinov, E.V. Selezneva et al. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, **699**, 012055 (2019)

Визуализация областей перемагничивания на поверхности синтетических ферромагнетиков CoFeB/Ta/CoFeB в поле рассеяния наночастиц Fe/Fe₃O₄

Куницына Е.И., Коплак О.В., Аллаяров Р.С., Моргунов Р.Б.

¹Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: kunya_kat@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.16.80.002

Развитие технологий датчиков гигантского магнитосопротивления (ГМС) для регистрации и отбора магнитомеченых биологических объектов стало возможным благодаря прецизионной точности сенсоров, функционализации ферромагнитных наночастиц, технологии магнитофореза и микрофлюидной техники [1-2]. Магниторезистивные датчики основаны на перемагничивании тонких ферромагнитных слоев под влиянием дипольного магнитного поля магнитной наночастицы. В нашей работе представлена локальная визуализация области CoFeB/Ta/CoFeB структуры, в которой перемагничивание индуцируется полем рассеяния одиночной магнитной нано- и микрочастицы, методом магнито-силовой микроскопии. Сравнение изображений, полученных с помощью атомно-силовой, магнито-силовой микроскопии, микроскопии фазового контраста и вычитание соответствующих фазовых контрастов позволяет визуализировать область перемагничивания, которая превышает размер наночастиц [3].

Проведен анализ интегрального отклика изменения магнитного момента CoFeB/Ta/CoFeB структур на осаждение наночастиц Fe/Fe₃O₄. Поле переключения структуры, полученное из магнитного гистерезиса, является удобным параметром для прогнозирования размеров магнитного изображения частиц. Уменьшение магнитной анизотропии в следствие осаждения Fe/Fe₃O₄ магнитных наночастиц на поверхность CoFeB/Ta/CoFeB платформ и CoFeB монослоя и воздействие их локальных магнитных полей рассеяния было обнаружено методом ферромагнитного резонанса. Изменение значения анизотропии пленки CoFeB позволяет оценить энергию взаимодействия частицы с поверхностью. Теоретическая оценка диаметра области пленки CoFeB, которая перемагничивается под влиянием дипольного магнитного поля наночастицы Fe/Fe₃O₄, дает удовлетворительное совпадение с экспериментально найденным диаметром магнитного изображения.

Данная работа выполнена по теме государственного задания, № государственной регистрации 0089-2019-0011.

Список литературы:

- [1] G. Li, S.X. Wang, S. Sun, IEEE Trans. Magn., **40**, 3000 (2004).
- [2] Q.A. Pankhurst, J. Connolly, S.K. Jones, J. Dobson, J. Phys. D: Appl. Phys., **36**, R167 (2003).
- [3] O. Koplak, O. Haziematova, L. Litvinova, O. Dmitriev, R. Morgunov. Superlattices and Microstructures, **121**, 23 (2018).

Механические свойства сегнетоэлектрических кристаллов триглицинсульфата с различными примесями

Гайнутдинов Р.В.¹, Лашкова А.К.¹, Толстихина А.Л.¹, Петржик Е.А.¹, Кашевич И.Ф.², Шут В.Н.³

¹ Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

² Витебский государственный университет им. П.М. Машерова, Витебск, Беларусь

³ Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь
e-mail: aklashkova@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.42.21.003

Сегнетоэлектрические кристаллы триглицинсульфата $(\text{N}^+\text{H}_3\text{CH}_2\text{COOH})_2(\text{N}^+\text{H}_3\text{CH}_2\text{COO}^-)\text{SO}_4^{2-}$ (TGS) представляют интерес не только в роли модельных кристаллов, но и как потенциальные материалы для различных устройств, таких как пьезодатчики, пировидиконы и др. Введение различных примесей является эффективным методом изменения свойств кристаллов TGS, причем не последнюю роль в этом вопросе играет способ введения примеси в процессе роста кристалла. В данной работе объектами исследования служили монокристаллы TGS с профильным распределением примесей хрома и аланина, выращенные по методике, разработанной в Институте технической акустики НАН Беларуси [1]. Послойное изменение состава в процессе роста достигалось путем доращивания затравки попеременно в растворах разного состава – в номинально чистом и содержащем примесь (ионов хрома или аланина).

Целью работы было установить различие механических характеристик в пределах полос разного состава. К полосчатым кристаллам TGS была применена одна из методик АСМ – силовая спектроскопия. В процессе измерений данным методом регистрируется силовая кривая, которая является зависимостью изгиба балки кантилевера от перемещения образца/зонда по оси z . После математической обработки из силовых кривых можно получить величину модуля Юнга. Все процедуры по подготовке и изучению поверхности образцов методом силовой спектроскопии проводили в контрольно-измерительном комплексе «TRACKPORE ROOM–05», класс чистоты 5 ИСО(100), в составе которого находится сканирующий зондовый микроскоп NTEGRA Prima (НТ-МДТ). Были получены силовые кривые на участках поверхности, расположенных в полосах разного состава. В каждой полосе было проведено порядка 25 измерений, усредненные силовые кривые демонстрируют явную разницу в наклоне кривых в полосах разного состава, что свидетельствует об ощутимой разнице в механических свойствах между полосами разного состава в монокристаллах TGS.

Список литературы:

[1] В.Н. Шут, И.Ф. Кашевич, Б.Э. Воттс, Кристаллография, 49(2),257-261(2004).

Влияние способа индукции хиральности на формирование рельефа поверхности пленок гребнеобразного ЖК полиакрилата

Синицына О.В.¹, Бобровский А.Ю.², Яминский И.В.^{1,2,3}, Шibaев В.П.²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова Российской академии наук (ИНЭОС РАН)

²Химический факультет, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова

³Физический факультет, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова
e-mail: sinitsyna@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.71.81.005

Самоорганизация полимеров успешно используется для создания структур с периодичностью на микро- и наномасштабах. Особый интерес представляют жидкокристаллические (ЖК) полимеры, так как структуры, характерные для различных типов мезофаз, могут быть заморожены при стекловании после охлаждения полимерных пленок до комнатной температуры. При этом получают пленки с различным рельефом поверхности, который потенциально может определять такие важные свойства материала как смачиваемость, адсорбция, адгезия и др.

В настоящей работе исследовалось, как введение хиральности влияет на формирования рельефа поверхности пленок гребнеобразного ЖК полиакрилата РАВВ (Образец 1, Рис. 1). Хиральность индуцировалась двумя способами: смешиванием полимера РАВВ с хиральной доабвкой Sorb (Образец 2) и введением ковалентно связанных хиральных боковых звеньев в полимерные цепочки РАВВ (Образец 3). Рельеф поверхности полимерных пленок изучался методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в интервале температур от 20 °С до 100 °С. Использовался сканирующий зондовый микроскоп ФемтоСкан и программное обеспечение ФемтоСкан Онлайн [1].

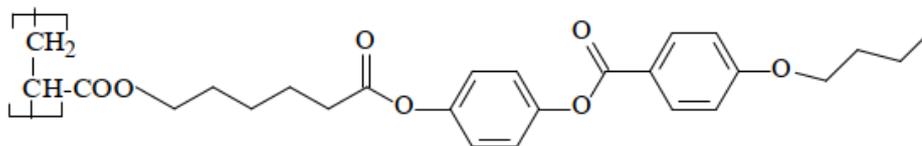


Рис. 1. Полимер РАВВ, фазовые переходы: $g\ 30\ SmC^* \sim 62\ N\ 111\ SmA \sim 134\ N\ 149\ I$

Для пленок Образца 1 наблюдается микрорельеф с изотропно ориентированными продолговатыми выпуклыми особенностями (Рис. 2а). Введение хиральности приводит к образованию холестерической мезофазы вместо нематической, и на поверхности пленок наблюдается рельеф типа «отпечатки пальцев» со средним периодом полос 470 нм и 870 нм для Образцов 2 и 3 соответственно. Эти значения близки к шагу холестерической спирали для Образцов 2 (440 нм) и 3 (980 нм). Полосы в рельефе сохраняются при охлаждении пленок до комнатной температуры, однако для Образца 3 при

охлаждении пленок ниже температуры фазового перехода смектик-холестерик рельеф существенно меняется за счет разбиения полос на зерна со средним диаметром 200-400 нм при образовании смектической мезофазы (Рис. 2б).

Более детальное рассмотрение поверхности пленки полимера РАВВ позволяет визуализировать нанорельеф с периодом около 15 нм (Рис. 3а). Согласно [2], появление периодической модуляции высоты объясняется чередованием фрагментов с шириной слоя характерной для фаз **SmC[~]** (4.4 нм) и **SmA** (3.5 нм). На поверхности Образца 2 этот нанорельеф сохраняется (Рис. 3б), а в случае Образца 3 он оказывается существенно искаженным.

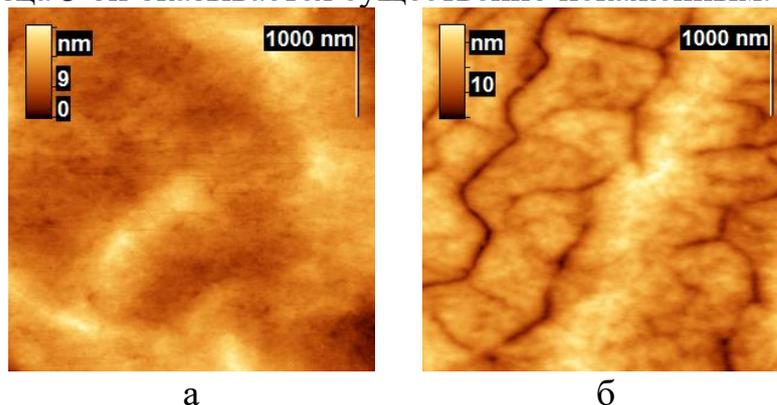


Рис.2. АСМ изображения Образцов 1 (а) и 3 (б) при 20 °С, 3.7 x 3.7 μm²

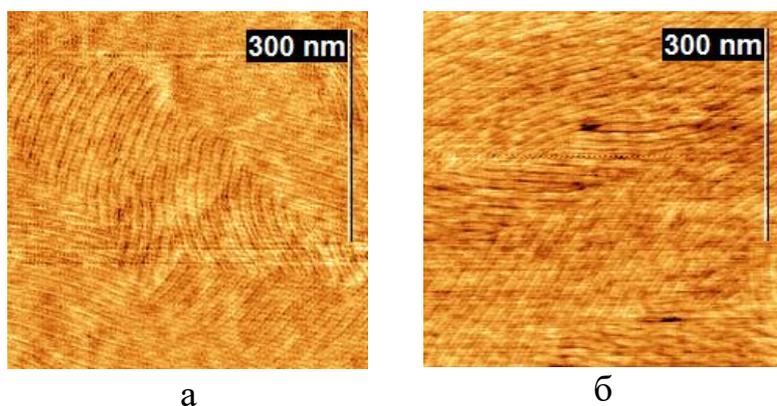


Рис.3. АСМ изображения (фаза) Образцов 1 (а) и 2 (б) при 20 °С, 0.5x0.5 μm²

Таким образом, в отличие от использования хиральной добавки, введение ковалентно связанных хиральных звеньев в полимерную цепочку приводит к драматическому изменению рельефа пленок на микро- и наномасштабах.

Данная работа была поддержана грантом РФФ №19-13-00029.

Список литературы:

- [1] И. Яминский, А. Филонов, О. Сеницына, Г. Мешков, *Наноиндустрия*, **2**, 42 (2016).
- [2] D. Sentenac, B.I. Ostrovskii, W. H. de Jeu, *Adv. Mater.*, **13**, 1079 (2001).

Микроскопические и спектроскопические исследования УФ-фоточувствительных пленок ZnO после обработки в азотной плазме

Муслимов А.Э.¹, Каневский В.М.¹, Гаджиев М.Х.², Тюфтяев А.С.², Исмаилов А.М.³

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333
Москва, Россия

² Объединенный институт высоких температур РАН, 125412, Москва, Россия

³ Дагестанский государственный университет, 367000, Махачкала, Россия

e-mail: amuslimov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.55.88.006

Оксид цинка ZnO благодаря значительной запрещенной зоне (3.3 eV при 300 K) и большой энергии связи экситонов (60 MeV) является весьма перспективным для создания самого широкого класса оптоэлектронных устройствах. Одним из основных направлений применения является ультрафиолетовая (УФ) электроника, в частности, изготовление фотодетекторных устройств на основе ZnO. Основная проблема УФ-фотодетекторов на основе ZnO является значительное (до десятков минут) время релаксации фототока. В настоящей работе впервые предложена методика снижения времени релаксации фототока путем модификации электрофизических параметров пленок ZnO. Суть методики заключается в допирование азотом пленок ZnO посредством их обработки в потоке низкотемпературной высокоэнтальпийной плазмы азота с использованием плазматрона. УФ-фоточувствительные эпитаксиальной пленки (0001) ZnO *n*-типа проводимости площадью 1x1 cm получали методом магнетронного распыления на автоматизированном магнетронном комплексе «ВАТТ АМК-МИ» на подложках сапфира толщиной ~ 450 nm. В качестве источника низкотемпературной высокоэнтальпийной плазмы использовался плазматрон с расширяющимся каналом выходного электрода, генерирующий на выходе слабо расходящуюся плазменную струю азота диаметром $D=8-10$ mm с энтальпией до 50 kJ/g и среднемассовой температурой 7-10 kK, при полной электрической мощности дугового разряда 20-50 kW и расходе плазмообразующего газа 1-3 g/c. Электронно-микроскопические изображения поверхности пленки ZnO до (рис. 1, а) и после (рис. 1, б) обработки в потоке плазмы азота позволили обнаружить значительные различия, как в морфологии, так и в шероховатости. Можно увидеть, что в процессе обработки поверхность пленки растравливается. По данным атомно-силовой микроскопии шероховатость после обработки увеличивается в 1.2 раза. При этом, можно наблюдать резкое увеличение сопротивления (рис.1с) и легкое нарушение симметрии ВАХ пленок после обработки. Изменения типа носителей согласно измерениям с помощью метода Холла в пленках не произошло. Проверка резистивного отклика пленки ZnO на

УФ-освещение показало, что до обработки наблюдается низкая токовая УФ-чувствительность ($\sim 10^{-7}$ A/W) и токовый контраст ($\sim 1-2\%$) при 10 V.

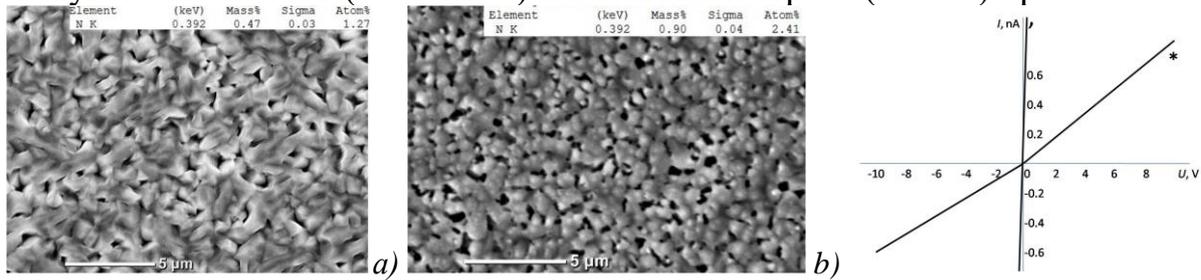


Рис.1. Электронно-микроскопические изображения и данные рентгеновского элементного микроанализа пленки ZnO до обработки (a) и после обработки в потоке низкотемпературной плазмы азота (b). Вольт-амперная характеристика (c) образцов ZnO до (*) и после обработки в плазме азота (*).

После обработки отклик был значительно отчетливее, чувствительность возросла до $3.6 \cdot 10^{-5}$ A/W при 6 V (рис.2a). Следует заметить, что данная величина значительно меньше чувствительности фотодетекторов на основе ZnO с аномально развитой поверхностью $\sim 10-10^2$ A/W. Однако обработанный образец демонстрировал высокий токовый контраст ($I_{УФ}/I_{тем}$ максимальное значение 16 раз при положительном смещении), который незначительно зависел от приложенного напряжения.

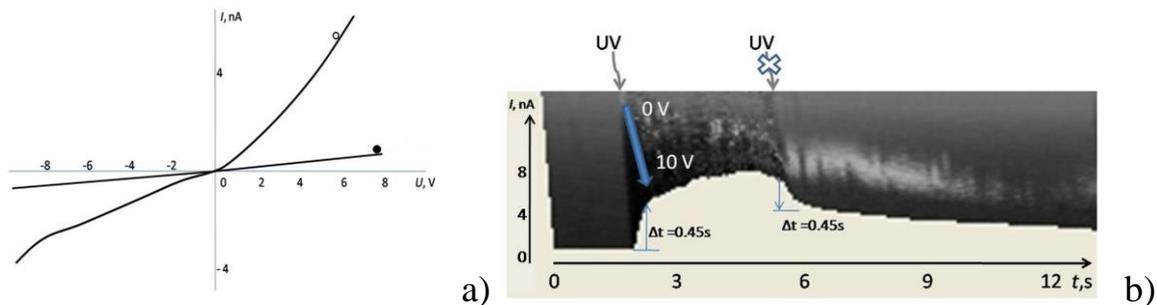


Рис.2. Вольт-амперная характеристика (область положительного напряжения смещения) (a) образца ZnO обработанного в плазме азота до УФ-освещения (*) и после (o). Трехмерное представление кинетики нарастания и спада фототока образца ZnO обработанного в плазме азота (b) в области положительного напряжения смещения (0-10V). На схеме указаны моменты включения и выключения УФ-освещения.

Нарастание и спад фототока носили идентичный характер (рис.2b) и состояли из короткой и длинной компоненты. Короткие компоненты были одинаковой длительностью ~ 0.45 s, с постоянной времени ~ 0.29 s. Длинные компоненты различались: $\sim 3-4$ s и $\sim 10-12$ s для областей нарастания и спада, соответственно.

В работе приведены результаты исследования влияния потока высокоэнтальпийной низкотемпературной плазмы азота, генерируемого плазмотроном постоянного тока на морфологию, электрические и УФ-фотопроводящие свойства пленок ZnO на сапфире.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 20-08-00598a).

Исследование структуры и локальных электрических свойств суперпротонных кристаллов $(K,NH_4)_3H(SO_4)_2$

Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л., Селезнева Е.В., Макарова И.П.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
e-mail: alla@ns.crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.40.83.007

В Институте кристаллографии были выполнены первые работы по получению и изучению структуры и свойств суперпротонных кристаллов [1-3]. Одной из важнейших характеристик этих материалов является протонная проводимость, которая достигает $10^{-3} - 10^{-1} \text{ Ом}^{-1}\cdot\text{см}^{-1}$ в диапазоне рабочих температур 320 – 500 К. Для создания новых кристаллов с улучшенными характеристиками требуется знание структуры фаз, фазовых превращений, физико-механических свойств и влияния на них различных факторов (среды, обработки, температуры, химического состава). В этом отношении современная атомно-силовая микроскопия (АСМ) может дать много информации о физико-химических свойствах суперпротонных фаз на наноуровне.

В работе представлены результаты комплексного исследования новых изоструктурных кристаллов $(K,NH_4)_3H(SO_4)_2$ с различным содержанием аммония от 57 до 80 % методами электрической АСМ и рентгеноструктурного анализа.

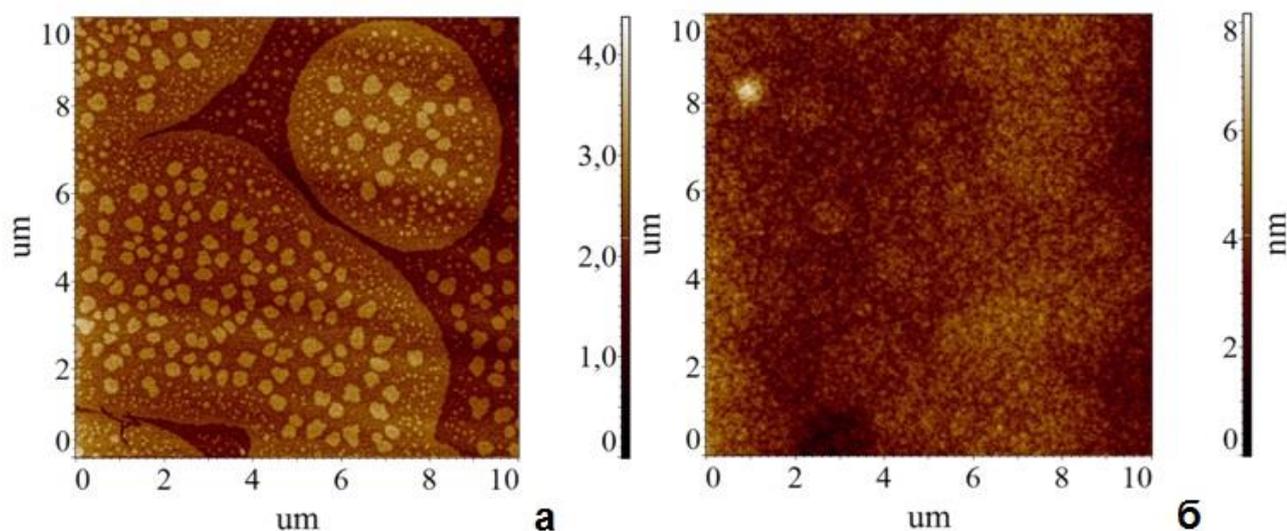


Рис.1 АСМ-изображение поверхности (001) свежего скола кристалла при 40% влажности воздуха: $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$, (а), $(K_{0.19}NH_4)_{0.81})_3H(SO_4)_2$ (б).
Прерывисто-контактный режим

Кристаллы кислых солей сульфата калия-аммония $(K(NH_4))_3H(SO_4)_2$ были выращены в ИК РАН методом управляемого снижения растворимости из водных растворов $K_3H(SO_4)_2$ и $(NH_4)_3H(SO_4)_2$ при соотношении $K^+:NH_4^+ \approx 3 : 7$.

Кристаллизация проводилась в диапазоне температур 303–313К. Выращенные монокристаллы имеют пластинчатый габитус, тригональную симметрию $R\bar{3}$ и оптически анизотропны при комнатной температуре. Кристалл $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ проявляет суперпротонную проводимость уже при комнатной температуре [4]. АСМ-исследование образцов было проведено на микроскопе NTEGRA Prima (NT-MDT Spectrum Instruments, Зеленоград) в условиях чистой зоны в контрольно-измерительном комплексе «TRACKPORE ROOM-05». Объектом исследования была поверхность (001) кристаллов, полученная свежим сколом на воздухе и полированная по стандартной процедуре подготовки образцов.

Методом электрической АСМ получены новые данные о строении поверхности и проводимости образцов. Измерение локальных ВАХ показало, что проводимость образца $(K_{0.19}NH_4)_{0.81})_3H(SO_4)$ возрастает (примерно в 6 раз при $U=4$ В) по сравнению с $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ и $(K_{0.27}(NH_4)_{0.73})_3H(SO_4)_2$. Впервые выполнены исследования стабильности и деградации суперпротонных фаз на наноуровне. На рис.1 показаны изображения поверхности (001) двух кристаллов разного состава. При сколе кристалла с повышенным содержанием аммония формируется шероховатая поверхность, которая достаточно быстро изменяется во времени. При деградации поверхность становится электрически неоднородной. Обсуждаются вопросы, связанные с устойчивостью кристаллов к воздействию различных внешних факторов и поверхностные явления, которые могут приводить к временным изменениям электрофизических свойств, а также методические аспекты подготовки образцов и проведения измерений. Показано, что данные АСМ дополняют результаты рентгеноструктурного анализа [4].

Работа выполнена при поддержке науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН и частично при поддержке Программы фундаментальных исследований Президиума РАН 1.2.П № 32. Эксперименты проводились с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» при поддержке Минобрнауки (проект RFMEFI62119X0035).

Авторы выражают благодарность В.В. Долбининой (ИК РАН) за образцы кристаллов.

....**Список литературы:**

- [1] А.И. Баранов, Л.А. Шувалов, Н.М. Щагина, *Письма в ЖЭТФ*. 1982. Т. 36, №11. С. 381.
- [2] А.И. Баранов, *Кристаллография*. 2003. Т. 48. С. 1081.
- [3] И.П. Макарова, *ФТТ*. 2015. Т.57. Вып.3. С.432.
- [4] E.V. Dmitricheva, I.P. Makarova, V.V. Grebenev, V.V. Dolbinina, I.A. Verin, *Solid State Ionics* 2014. V.268.P. 68.

Применение зондовых и плазмохимических нанотехнологий для формирования наноструктур на поверхности GaAs

Климин В.С., Резван А.А., Томинов Р.В., Агеев О.А.

Южный федеральный университет, Таганрог, Россия

e-mail: arezvan@sfedu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.13.88.008

В качестве исследуемых образцов использовались пластины собственного арсенида галлия, геометрические параметры поверхности которого были улучшены посредством стандартной жидкостной полировки. При помощи зондовых нанотехнологий методом локального анодного окисления был получен слой оксидных наноструктур, тем самым образовав модификацию поверхности каждого из образцов [1-4]. Оксидные наноструктуры были получены при следующих параметрах формирования: относительная влажность – 90%, скорость передвижения зонда – 2,5 мкм/сек, ток цепи обратной связи микроскопа – 1 нА, а напряжение формирования варьировалось от 7 до 10 В. Оксидные слои являлись масками при дальнейшем процессе плазмохимического травления.

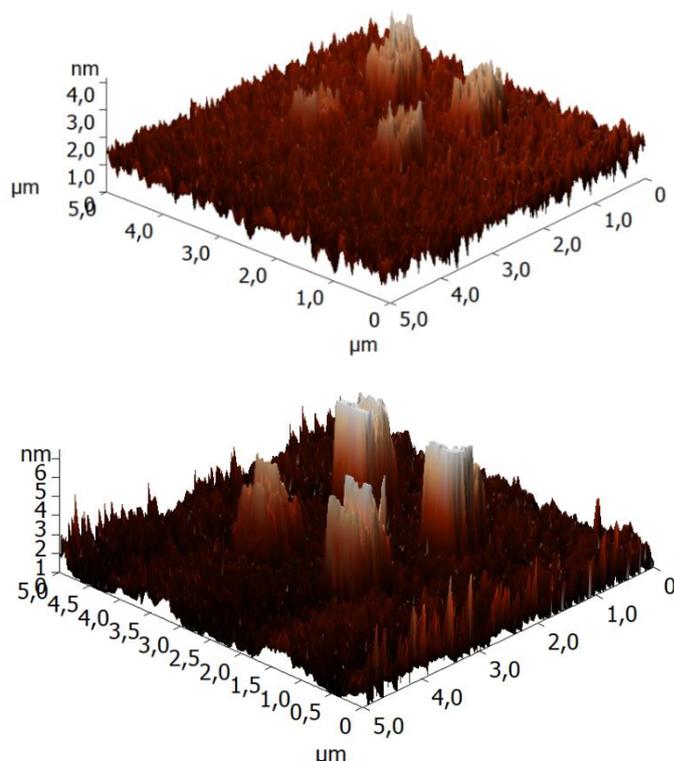


Рис.1. АСМ сканы поверхности GaAs подложек после проведения обработки

В качестве хлорсодержащего газа был выбран BCl_3 . Смесь рабочих газов состояла из буферного газа $N_{\text{Ar}} = 100 \text{ см}^3/\text{мин}$ и хлорсодержащего газа $N_{\text{BCl}_3} = 15 \text{ см}^3/\text{мин}$, и находилась под давлением $P = 2 \text{ Па}$. При мощности источника индуцировано связанной плазмы $W_{\text{ICP}} = 400 \text{ Вт}$, напряжение смещения $U_{\text{bias}} = 102 \text{ В}$. Время воздействия плазмой варьировалось в диапазоне от 0,5 до 2 минут. По окончании были сформированы прямоугольные оксидные структуры с размерами $0,3 \times 0,3 \text{ мкм}$.

Контроль морфологии поверхностей производился при помощи метода атомно силовой микроскопии зондовой лабораторией NTegra. Параметры аспектного отношения полученных структур оценивались посредством измерения угла отклонения от вертикали по полученным профилям. Измерения проводились в кристаллографических направлениях.

По окончании экспериментальных исследований были отработаны образцы, линейные размеры объёмных структур которых лежат в диапазоне от 3,5 до 70 нм. Также, для выявления чёткого влияния характеристик применения исследуемых методик на анизотропию процесса были построены зависимости геометрических параметров и анизотропии полученных структур от напряжения формирования и времени травления.

Работа выполнена при поддержке Гранта Президента Российской Федерации № МК-3512.2019.8. Результаты получены с использованием оборудования Научно-образовательного центра и Центра коллективного пользования «Нанотехнологии» Южного федерального университета.

Список литературы:

- [1] Ageev, O.A., Klimin, V.S., Solodovnik, M.S., Eskov, A.V., Krasnoborodko, S.Y., Journal of Physics: Conference Series. 2016. T. 741. № 1. С. 012178.
- [2] Rezvan A.A., Klimin V.S., Physics and Mechanics of New Materials and their Applications (PHENMA 2017), P. 197 (2017).
- [3] Rezvan A.A., Klimin V.S., Physics and Mechanics of New Materials and their Applications (PHENMA 2017), P. 198 (2017).
- [4] Rezvan A.A., Klimin V.S., Physics and Mechanics of New Materials and their Applications (PHENMA 2017), P. 199 (2017).

Исследование новых эластомерных композитов с природными наполнителями

Валиев Х.Х., Корнев Ю.В., Карнет Ю.Н., Семенов Н.А., Юмашев О.Б.

ФБГУН Институт прикладной механики РАН, г. Москва

e - mail: hhvly@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.20.36.009

В данной работе исследуется применение природных минералов аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи различной степени дисперсности и дополнительной обработки в качестве наполнителей эластомеров на основе промышленного синтетического бутадиен – стирольного каучука СКС – 30 АРК. Применение этих наполнителей значительно бы упростило и удешевило производственные процессы, являясь при этом экологически безопасным [1-4]. Для получения данных о морфологии, размерах и распределении используемых наполнителей в полимерной матрице проведены исследования структуры поверхности синтезированных композитов с помощью атомно – силовой микроскопии.

Измельчение исходных микроструктурных исходных порошков до наноразмеров проводилось с помощью планетарной шаровой мельницы РМ100 (Retsch, Германия). Основные составы композитов соответствовали каучуку СКС – 30АРК - 100 масс. частей и с наполнителями – 65 масс. частей. Поверхность наночастиц рисовой шелухи дополнительно модифицировалась путем окисления с последующим использованием в качестве наполнителя эластомерных композитов. Смеси были изготовлены в ИПРИМ РАН в лабораторном резиносмесителе Haake Rheomix 3000 QX с объемом камеры 300 см³. Температура при смешении не превышала 150°С.

Исследование поверхности полученных образцов композитов проведено на атомно – силовом микроскопе (АСМ) easyScan (Nanosurf, Швейцария), работавшего в контактном или полуконтактном режимах на воздухе при комнатной температуре [5]. Для получения материальных контрастов исследуемых композитов в АСМ использовались моды модуляции силы или фазового контраста. Испытания упруго-прочностных свойств вулканизатов проводились на разрывной машине UTS – 10.

С помощью АСМ визуализированы морфология и микро - нанометровые от 3 мкм от 70 нм диапазоны протяженности агрегатов наполнителей в синтезированных материалах. Снимок АСМ поверхности одного из композитов приведен на рис.1 (слева - топография, справа – материальный контраст). Согласно данным АСМ во всех синтезированных композитах при измельчении наполнителей до наноразмеров отмечается значительно более равномерное распределение агрегатов наполнителей в эластомерной матрице.

Из деформационно – прочностных исследований свойств исследованных композитов. установлено существенное увеличение напряжений при относительном удлинении, и увеличение прочности данных материалов в сравнении с исходным каучуком.

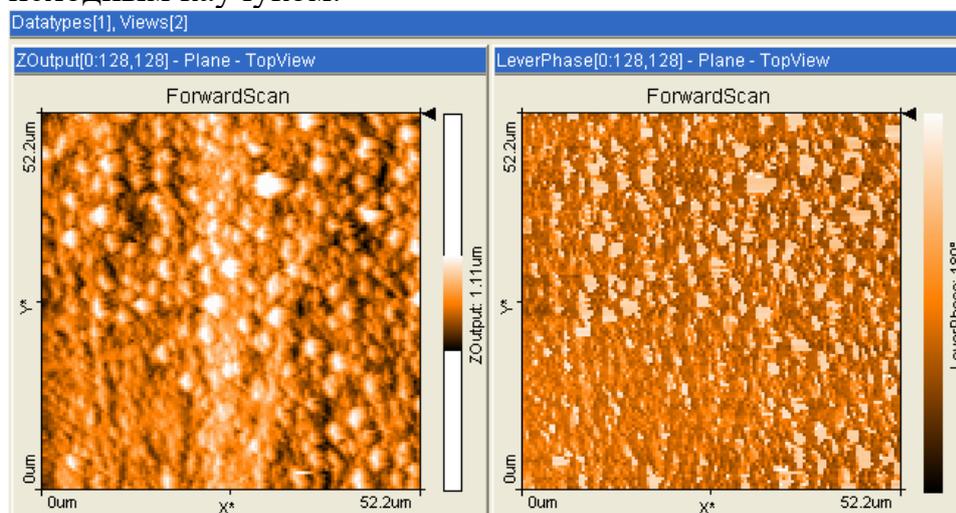


Рис. 1. АСМ снимки структуры поверхности эластомерного композита с наполнителем из наноструктурированного аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи, дополнительно окисленного. Скан 52.2 x 52.2 мкм².

Результаты, полученные с помощью АСМ, коррелированы с физико-механическими свойствами данных композиционных материалов.

Полученные данные представляют практический интерес для создания новых перспективных эластомерных композитов.

Работа выполнена по теме государственного задания в ИПРИМ РАН на период 2019-2021 гг. Номер гос. регистрации: **АААА-А19-119012290177-0**.

Список литературы:

- [1] Ю. Яновский, И. Образцов, Физическая мезомеханика, **Том 1**, Страницы 135 – 142 (1998).
- [2] А. Власов, Д. Волков – Богородский, Ю. Яновский, ДАН, **Том 443**, Страницы 435 – 437, (2012).
- [3] H. Valiev, A. Vlasov, Y.Kornev, et all, Composites from Renewable and Sustainable Materials, Edited: A. Pereira, F. Fernandes, Intechopen, London, **Chapter 3**, Page 39-50, (2019).
- [4] Yu. Kornev, O. Boiko, D. Guskov, N. Semenov. Composites: Mechanics, Computations, Applications. An Int. Journal, **Volume 3 (7)**, Page189-200, (2016).
- [5] H. Valiev, Yu. Karnet, N. Kochurov et all, Materials Physics and Mechanics, **Volume 26**, Page 45-48, (2016).

Исследование микрорельефа поверхности биокompозитов методом сканирующей микроскопии

Годжаев Э.М.¹, Назаров А.М.², Салимов В.В.³

¹Азербайджанский Технический Университет, Баку, Азербайджан

²Институт физики НАН Азербайджана им. Г.М.Абдуллаева, Баку, Азербайджан

³Сумгаитский Государственный Университет, Сумгаит Азербайджан

e-mail: afinnazarov@yahoo.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.48.64.010

В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкоплёночных технологий не обходится без применения методов сканирующей зондовой микроскопии. Развитие сканирующей зондовой микроскопии послужило также основой для развития новых методов нанотехнологий – технологий создания структур с нанометровыми масштабами. Зондовая микроскопия – это бурно развивающаяся область техники и прикладных научных исследований [1].

В настоящей работе излагаются результаты исследования микрорельефа поверхности атомно-силовым методом полимерных композиций с добавкой рыбьей чешуе. Для получения полимерного композита, порошок полиэтилена низкой плотности (ПЭНП) перемешивают с порошком рыбьей чешуи (РЧ). Затем из смеси прессуют пленки толщиной 100 мкм при температуре плавления полимерной матрицы и давлении 10÷15 МПа между алюминиевой фольгой. Полученные образцы с фольгой быстро охлаждают в воде и далее фольгу удаляют. Исследования проводились в биокompозитах ПЭНП+хоб%РЧ и в бионанокompозитах ПЭНП+хоб%РЧ+у об% Fe.

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и её локальных свойств проводится, с помощью специальным образом приготовленных зондов в виде игл. Рабочая часть таких зондов имеет размеры порядка 10 нм. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1–10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью.

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии сначала в прямом, а потом в обратном направлении, затем переходит на следующую строку. Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе при выполнении двух условий: зонд в процессе сканирования коснулся всех точек поверхности, и в каждый

момент зонд касался только одной точки поверхности. Если же зонд в процессе сканирования не может достигнуть некоторых участков поверхности (например, если образец имеет нависающие участки рельефа), то происходит лишь частичное восстановление рельефа. Причем, чем большего числа точек поверхности касался зонд при сканировании, тем достовернее можно реконструировать поверхность.

Результаты исследования микрорельефа поверхности при различных содержаниях наполнителя и металлической наночастицы биокomпозитов и бионанокomпозитов в 2D и 3D режимах представлены на рис.1.

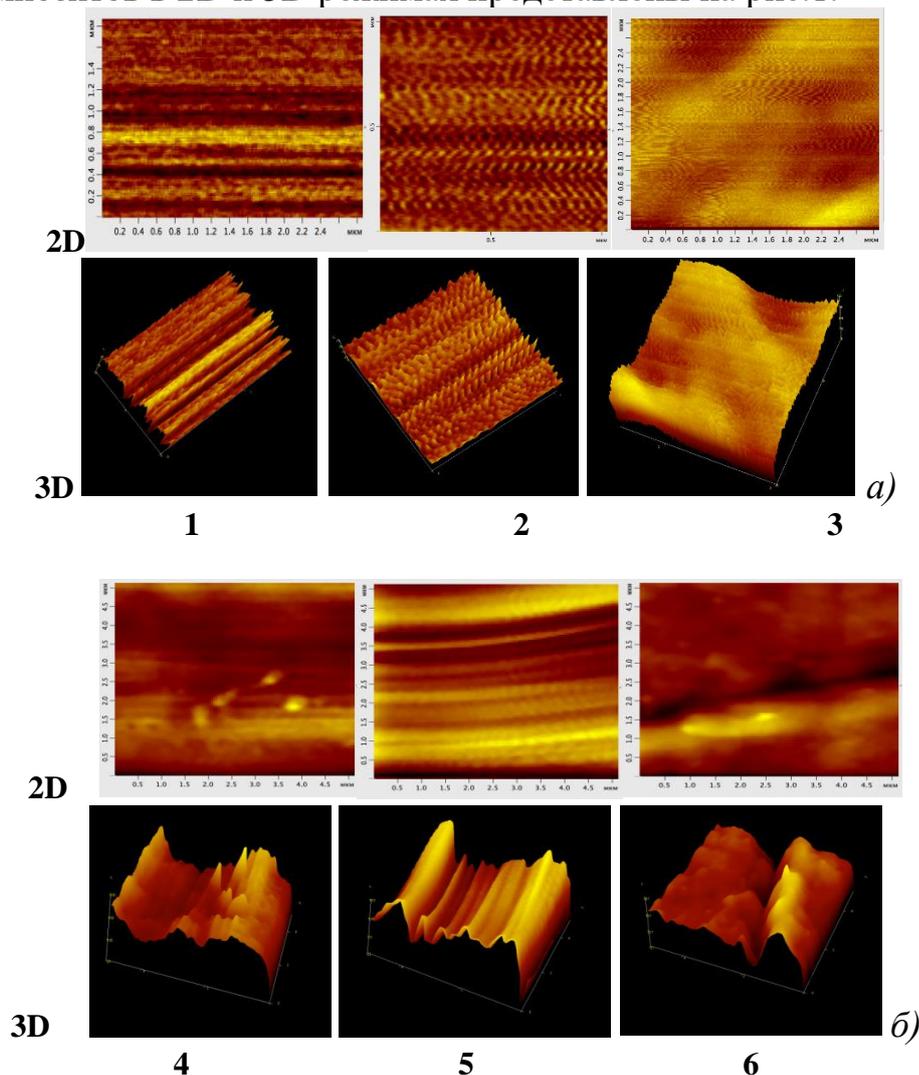


Рис.1. Микрорельеф поверхности биокomпозитов ПЕНП+хоб%РЧ (а) где, 1- $x=5$, 2- $x=7$, 3- $x=10$ и бионанокomпозитов ПЕНП+хоб%РЧ+у об%Fe(б) где, 4- $x=5$, $y=5$; 5- $x=7$, $y=3$; 6- $x=10$, $y=10$ в 2D и 3D режимах.

Список литературы:

- [1] Ю.С.Нагорнов, И.С.Ясников, М.Н.Тюрьков, *Способы исследования поверхности методами атомно-силовой и электронной микроскопии*, Тольятти, МТГУ, 58с. (2012).

Морфологические особенности мембран на основе полиимидов с сульфокислотными группами

Губанова Г.Н., Вылегжанина М.Э., Сапегин Д.А., Кононова С.В.

Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург
e-mail: gubanovagn@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.26.49.011

В рамках разработки композиционных материалов, предназначенных для первапорационных и газоразделительных мембран проведены исследования морфологии, структуры и термических свойств ароматического полиимида, содержащего две сульфокислотные группы в дифенильных фрагментах повторяющегося звена (ПИ-SO₃), полученного методом поликонденсации в растворе из 4,4'-Диаминобифенил-2-2'-дисульфокислоты и 5,5'-[1,3-Фениленбис(кси)] бис(2-бензофуран-1,3-диона) и композиционных пленок ПИ с ароматическим полиамидоимидом (ПАИ).

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии и рентгенографического анализа установлено частично кристаллическое состояние полиимида ПИ(SO₃), приводящее к охрупчиванию материала и потере его пленкообразующих свойств. При этом композиции ПИ с ароматическим полиамидоимидом ПАИ оказались перспективным материалом для первапорационных мембран для разделения смесей полярных жидкостей. Методом атомно силовой микроскопии (АСМ) были исследованы поверхности к воздуху и подложке композиционных пленок ПАИ:ПИ (70:30). Для поверхности

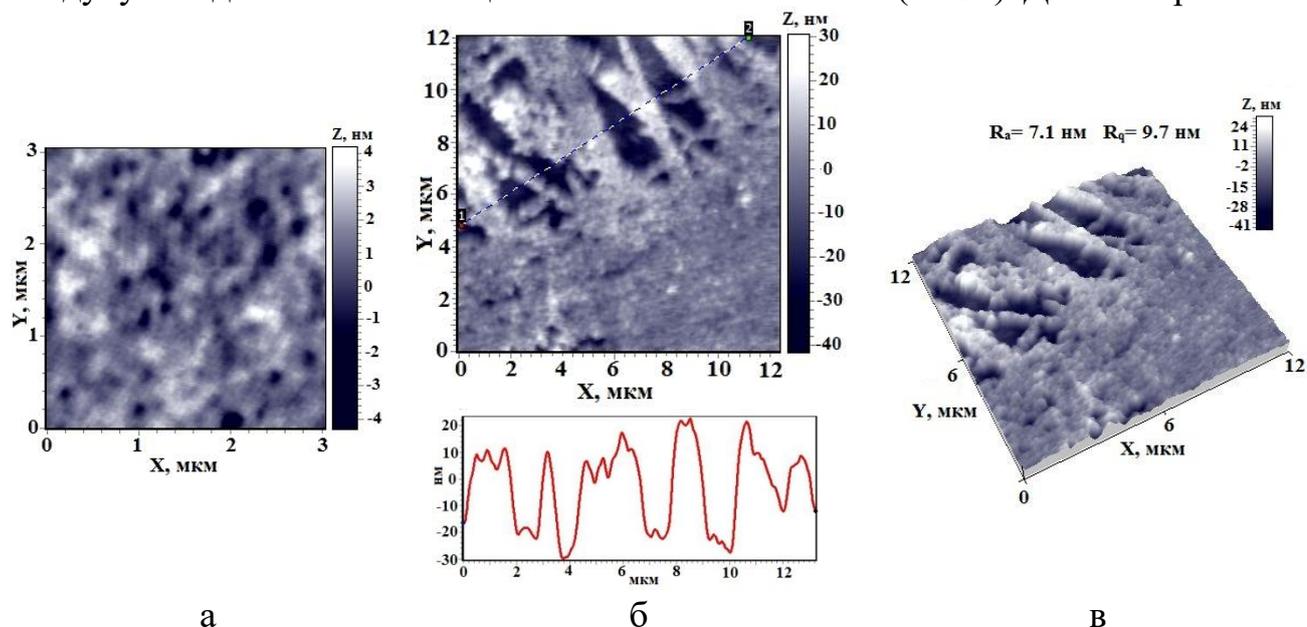


Рис.1. Топография поверхности композиционной пленки ПАИ:ПИ (70:30) на площадях (4x4 нм) – а, (12x12 нм) – б; трехмерное изображение свободной поверхности – в.

к воздуху характерно кристаллоподобное состояние полимера с равномерно распределенными поверхностными порами, не превышающими 200 нм (Рис.1а). Анализ трехмерного изображения и линейного профиля, представленного на рис. 1(б, в) дает возможность сделать вывод о том, что высота кристаллического образования не превышает 60 нм, а среднеквадратичная шероховатость не превышает 10 нм.

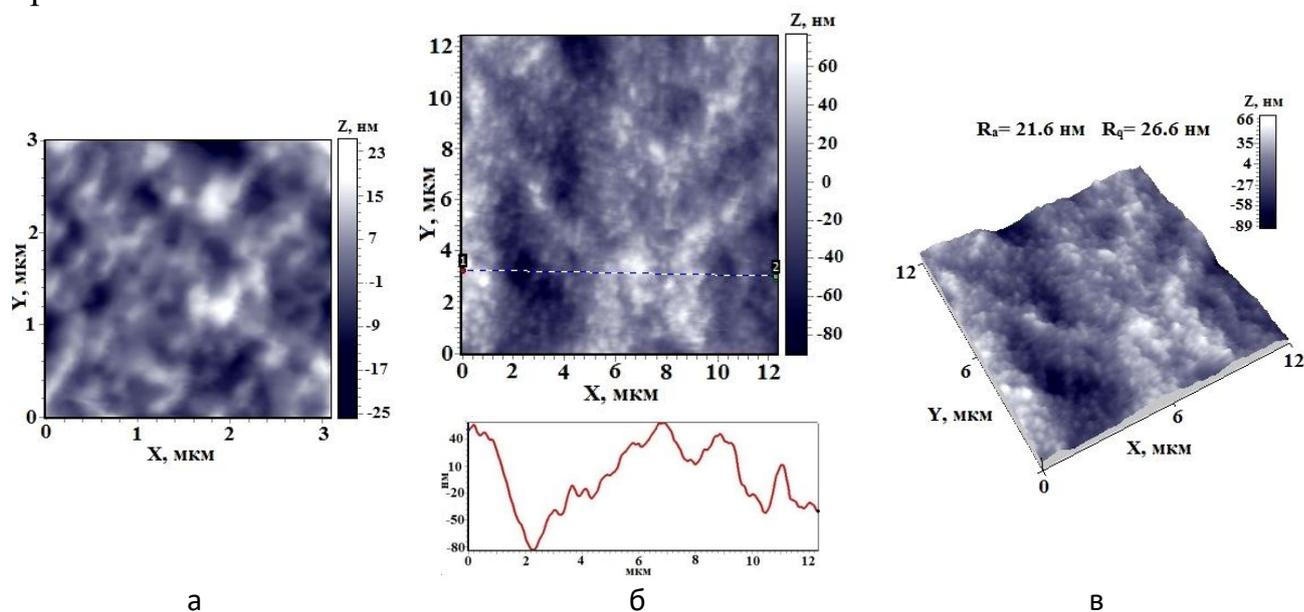


Рис 2. Топография поверхности композиционной пленки ПАИ:ПИ (70:30) к подложке а, б ; линейная профилограмма – б, трехмерное изображение – в.

Поверхность композиционной пленки к подложке имеет более сложный характер (Рис.2). Ее морфология близка к морфологии полиамидоимида (ПАИ), изученного ранее [1]. Особенностью является наличие микродоменов с паркетной укладкой (Рис.2а) и расположенными между ними поверхностными порами микронного размера. Шероховатость поверхности R_q увеличивается при этом до 26 нм.

Комплекс методик ДСК, ДМА, АСМ и РСА позволил сделать заключение о двух фазной природе исследуемой композиционной системы ПАИ:ПИ по типу взаимно-проникающей сетки, визуализируемой методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). На низкотемпературных сколах композита обнаружена трехмерная сетка, образованная кристаллической составляющей композита, заполненная аморфной фазой. Данный вывод подтвержден энергодисперсионным анализом: именно в областях трехмерной сетки регистрируются атомы серы, присутствующих в сульфогруппах кристаллического ПИ [2].

Список литературы:

- [1] G. Gubanova, S. Kononova at all. J. Macromol. Sci Part. V.53, 555(2014).
- [2] S. Kononova, D. Sapegin at all, J. Appl. Polym. Sci., V.136, 48197(2019).

Особенности спинодального распада в эпитаксиальных AL MBE слоях InGaAs, выращенных при низких температурах

Еременко В.Г.^{1.}, Гонсалес Л.^{2.}, Гонсалес И.

¹ИПТМ РАН, 142432, Черноголовка, Россия

²Inst. De Microelectronica de Madrid, CNM-CSIC, 28760, Madrid, Spain

e-mail: eremenko@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.24.54.012

Тонкие слои квазибинарных соединений АIII-BV, выращенные методом МЛЭ являются основой для создания широкого класса опто- и микроэлектронных приборов. Основными дефектами в таких слоях являются сетки дислокаций несоответствия, а также неоднородности состава. Наибольшее внимание привлекли спонтанные латеральные модуляции состава, которые, в принципе, могут быть использованы для выращивания квантовых нитей для лазеров и фотодетекторов. Однако, известно негативное влияние фазовых неоднородностей на деградацию приборов из-за уменьшения подвижности носителей и уширения спектров люминисценции [1,2]. Наличие модуляций состава и контроль за развитием процесса распада твердого раствора проводится, как правило, лишь в локальных областях кристалла методом ПЭМ. Это в значительной степени затрудняет контроль процесса роста слоев, особенно при переходе к низкотемпературному росту и росту сверхтонких слоев. В то же время остается открытым вопрос о природе возникающих модуляций состава. В работе предлагается альтернативный метод селективного травления [3] и АСМ микроскопии для выявления и, в принципе, экспрессного контроля наличия модуляций состава на примере слоев InGaAs слоев, выращенных послойной МЛЭ (ALMBE) при температурах 500 (Рис.1) и 200⁰ С.

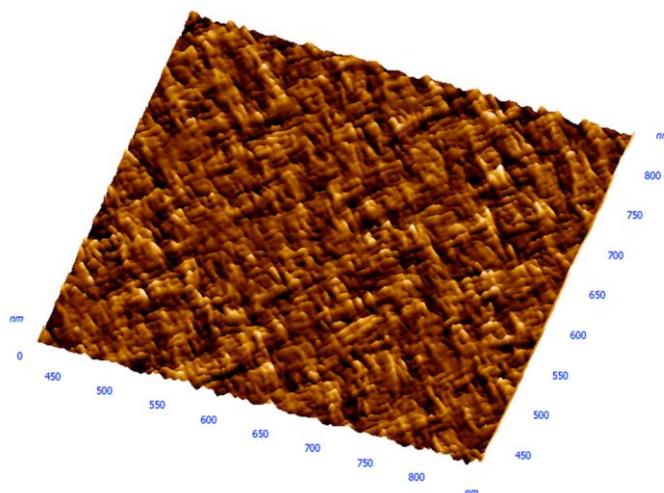


Рис.1. АСМ изображение морфологии поверхности эпитаксиального слоя (500С) после селективного травления.

Обнаружено, что понижение температуры роста не приводит к полному исчезновению модуляций состава и, таким образом, получению однородного (disordered) материала [4]. Показано, что при низкотемпературном росте имеет место значительное сближение периодов “coarse” и “fine” модуляций. Это, фактически первые результаты, указывающие на закономерности изменения coarse модуляций в зависимости от температуры.

Достоинством процесса является возможность анализа больших участков слоев с очень малой толщиной. Продемонстрирована эффективность выбранного процесса селективного травления для выявления модуляций состава с периодом до 10нм. Представлены результаты наблюдений на слоях In_{0.2}Ga_{0.8}As/GaAs(001) с толщинами 45нм (500С) и 300 нм (200С).

Работа выполнена на образцах, выращенных в институте Микроэлектроники CNM- CSIC, Мадрид.

Данная работа была выполнена в рамках госзадания.

Список литературы:

- [1] LaPierre R.R., Okada T., Robinson B.J., Thompson D.A., and Weatherly G.C., J. Cryst. Growth, **158**, 6, 1996.
- [2] Wang C.A., Choi H.K., Ransom S.L., Charache G.W., Danielson L.R. and DePoy D.M., Appl. Phys. Lett. **75**, 1305, 1999.
- [3] Weyher J.L., Van de Ven J., J. Cryst. Growth, 78, 191, 1986.
- [4] M. Herrera, D. González, M. U. González, Y. González, L. González, R. García, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 6, No. 3, p.805, September 2004.

Электронная и зондовая микроскопия слоевых нанопроволок

Загорский Д.Л.¹, Долуденко И.М.¹, Черкасов Д.А.¹, Жигалина О.М.¹, Иванов И.Н.¹,
Давлекткильдиев Н.А.², Соколов Д.В.², Асваров А.Ш.¹, Хмеленин Д.Н.¹

¹ ФНИИЦ Кристаллография и фотоника РАН

² Омский научный центр СО РАН

e-mail: dzagorskiy@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.50.73.013

Работа посвящена получению перспективного типа наноразмерных материалов- массивов слоевых нанопроволок (НП). Такие структуры перспективны для создания магнитной памяти [1], элементов спинтроники, датчиков (в т.ч. и на эффекте гигантского магнетосопротивления (ГМС)[2,3]). При создании таких материалов чрезвычайно важен контроль структуры, состава, толщины получаемых слоёв и интерфейсов между ними. Так, для ряда задач интересно получение тонких металлических слоёв (10 нм и менее).

В работе слоевые НП (Cu/Ni и Cu/Co) были получены методом матричного синтеза-заполнением пор полимерной трековой мембраны. Гальваническим осаждением металлы последовательно осаждались из электролита в поровые каналы мембраны (диаметр 100 нм) получены НП, состоящие из чередующихся слоёв двух различных состав. Процесс проводился в т.н. однованновом режиме-использовался один ростовой электролит, содержащий ионы обоих металлов. Последовательное чередование слоёв достигалось изменением ростового потенциала: в случае Cu/Ni- 0,7 В для меди и 1,8 В для Ni; в случае Cu/Co -0,5 В для меди и 1,5 В для Co. Импульсы напряжения задавались программируемым потенциостатом и при этом контролировался протекающий ток. Было отмечено, что на графиках временной зависимости тока проявлялся эффект «сглаживания» тока и появления кратковременных обратных импульсов тока. Кроме того, средняя величина тока в импульсе изменяется по мере роста массива НП. После удаления ростовой матрицы массивы НП изучались методами микроскопии.

Электронная микроскопия. Методом СЭМ (JEOL JSM) были успешно изучены НП со слоями достаточно большой толщины (30 нм и более). Показано, что диаметр НП несколько превышает диаметр пор матрицы, наблюдалось чередование слоёв различного состава (последнее чётко прослеживалось в случае НП Cu/Co из-за различия эмиссионных способностей металлов). Элементный анализ (в случае НП с толстыми слоями) продемонстрировал изменение состава. Более точные данные (в т.ч. данные для тонких слоёв) были получены методом ПЭМ. Так, было показано, что медные слои состоят практически из чистого металла (примеси-не более 3-5%), в то время как слои из магнитного металла включают до 20-25% примеси меди.

Было использовано регулирование режима не по времени, а по протёкшему заряду, и были получены слои одинаковой толщины. Так, уменьшением величины протёкшего заряда удалось получить толщины 15-20 нм. Попытка

дальнейшего снижения толщины слоёв металла за счёт уменьшения времени осаждения приводила к искажению интерфейсов и перемешиванию составов. Отметим, что в ряде случаев наблюдалось образование структуры типа «стержень-оболочка»: возможной причиной формирования такой структуры может быть пристеночное растворение одного из металлов (соответствовавшего наблюдавшемуся на графиках «обратному импульсу» тока), сопровождающееся заполнением этого пространства другим металлом. Был исследован и другой приём-«смягчение» режима роста за счёт разбавления раствора электролита-показано (ПЭМ), что в этом случае удаётся уменьшить толщину слоёв до 10 нм.

Методы зондовой микроскопии позволили изучить отдельные НП. В [4] методом АСМ было показано (для аналогичных структур), что НП состоят из чередующихся слоёв несколько отличающегося диаметра. Методом магнито-силовой микроскопии (МСМ) было выявлено разбиение на магнитные домены; при этом один домен включает несколько магнитных и немагнитных слоёв. Продемонстрировано переключение намагниченности в НП в сравнительно слабых внешних полях. Методом электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) была определена работа выхода электрона для отдельных НП из чистых металлов (Fe, Ni, Co) по методике, описанной в работе [5]. Измерения проводились на воздухе, при напряжениях на зонде ± 3 , ± 5 , ± 7 В. Средние значения работы выхода для НП из Fe, Ni и Co составили 4.25, 4.0 и 4.5 эВ, соответственно. При этом значения работы выхода для плоских металлических поверхностей (выращенных при таких же условиях) составляли 4.45, 4.5 и 4.4 эВ, соответственно, что заметно выше чем для отдельных НП того же состава (исключение составил кобальт). Данный эффект может быть связан с геометрическими параметрами НП. Можно также отметить различие работ выхода в различных частях НП. Различие характеристик НП из различных металлов позволило выделить и сравнить различные части слоевых НП- первые результаты приведены и обсуждаются. Отметим, что ранее ни для одного из типов НП измерения работы выхода не проводились.

Работы проводились при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках выполнения работ по государственным заданиям ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН и Омского научного центра СО РАН.

Список литературы:

- [1] Yu. P. Ivanov et al. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 9, 20, 16741 (2017).
- [2] A. Fert, L. Piraux et al. *J. Mag Mag Mat*, 200, 338 (1999).
- [3] L.Piraux, J.M.George et al *Appl. Phys. Lett.*, 65, 2484 (1994).
- [4] Д.Л. Загорский, И.М. Долуденко, Д.А. Черкасов, О.М. Жигалина, Д.Н. Хмеленин, И.М. Иванов, и др., *ФТТ*, том 61, вып. 9, 1682 (2019)
- [5] N.A.Davletkildeev, D.V.Stetsko, V.V.Bolotov et al. *Mat. Lett.*, 161, 534 (2015).

Фрактальная размерность наноразмерных пленок никеля и хрома

Иванов Д.В.¹, Антонов А.С.^{1,2}, Сдобняков Н.Ю.¹, Семенова Е.М.¹,
Романовская Е.В.³, Афанасьев М.С.^{4,5}

¹ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»
170002, Россия, Тверь, Садовый пер., 35

²ФГБОУ ВО «Тверская государственная сельскохозяйственная академия»
170904, Россия, Тверь, ул. Маршала Василевского, 7

³УО «Белорусский государственный технологический университет»
220006, Республика Беларусь, Минск, ул. Свердлова, 13а

⁴ФГБОУ ВО «МИРЭА - Российский технологический университет»
119454, Россия, Москва, пр. Вернадского, 78

⁵Фрязинский филиал ФГБУН «Институт радиотехники и электроники
им. В.А. Котельникова Российской академии наук»
141190, Россия, Московская область, Фрязино, пл. Введенского, 1
nsdobnyakov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.77.97.014

В [1] экспериментально было установлено, что пленки золота, серебра, никеля и меди на диэлектрических подложках могут образовывать фрактальные структуры. Однако, для наноразмерных пленок хрома, полученных методом термовакуумного напыления, не удавалось получить фрактальные структуры на всей площади поверхности пленки [2]. В данной работе пленки из никеля и хрома формировались на подложке из слюды методом электронно-лучевого напыления на установке А700QE/DI12000. Оценка фрактальной размерности и обработка графических материалов производилась в программном комплексе Image Analysis (версия 3.5.30.19856). В [1] показано, что механизм образования фрактальных структур может быть связан с условиями кристаллической/аморфной структуры при формировании поверхности пленки. Предлагаемая методика определения фрактальной размерности изложена в [3]. Для определения фрактальной размерности используется соотношение

$$D_c = 3 - \alpha, \quad (1)$$

где α – скейлинговый коэффициент, называемый показателем шероховатости (показатель Херста H). Показатель Херста определяется через наклон $tg\beta$ начального участка корреляционной функции высота-высота для выбранного направления, построенной в логарифмических координатах

$$H = tg\beta / 2. \quad (2)$$

Проанализировав шероховатость поверхности с использованием программного продукта [3], нами были определены морфологические характеристики поверхности образца, а именно высотные параметры (см. данные Таблицы 1): среднее арифметическое из абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины S_a , среднеквадратичное отклонение S_q , сумма средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины S_{10z} , поскольку именно

они, в большей степени, имеют значение для изучения фрактальных свойств профиля и поверхности [1].

Таблица 1. Диапазон изменения морфологических характеристик плёнок хрома и никеля на слюде на исследованных масштабах

Граница диапазона	хром				никель			
	S_a , нм	S_q , нм	S_{10z} , нм	\bar{D}_c	S_a , нм	S_q , нм	S_{10z} , нм	\bar{D}_c
минимальное значение	10,31	13,39	86,28	2,1	0,97	1,34	13,31	2,3
максимальное значение	24,98	35,67	257,07	2,24	2,11	3,83	29,54	2,64

Полученные результаты для фрактальной размерности нанопокртия никеля находятся в хорошем согласии с результатами следующих работ: в [4] наблюдались участки с фрактальной размерностью $\bar{D}_c = 2,25 \pm 0,03$, в [5] фрактальная размерность находилась в пределах $\bar{D}_c = 2,29 \div 2,49$. Что касается нанопокртий хрома, имеется работа [6], в которой для достаточно крупных агломератов (1–10 мкм) установлено, что покрытия из хрома образуют высокоразвитый «фрактальный рельеф» – $\bar{D}_c = 2,95$. Основным технологическим решением для создания и совершенствования методов «выращивания» структур с заданной морфологией поверхности, а также структур, обладающих определенными физическими свойствами, в частности проводимостью, оптическими характеристиками, является как подбор внешних факторов (температура подложки, внешнее давление, наличие последующей химической обработки и т.д.), так и использование определенных методик подготовки наноразмерных пленок.

Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 18-03-00132, № 18-29-11029, № 19-07-00271, № 19-29-03042, № 20-37-70007).

Список литературы:

- [1] Н.Ю. Сдобняков, А.С. Антонов, Д.В. Иванов, Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях: монография, Тверской государственный университет, Тверь (2019).
- [2] А.С. Антонов, Е.А. Воронова, Н.Ю. Сдобняков, О.В. Михайлова, Нанотехника, 2 (38), 8 (2014).
- [3] Image Analysis P9. Справочное руководство, NT-MDT SI, Москва (2019).
- [4] A. Makabe, W. Oshikawa, M. Saitou, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers Series A, 67 (664), 1955 (2001).
- [5] M. Torabi, A. Dolati, International Journal of Surface Science and Engineering, 10 (5), 444 (2016).
- [6] Yu. V. Sokolov, V.S. Zheleznyĭ, Technical Physics Letters, 29 (8), 627 (2003).

Сегнетоэлектрические характеристики бессвинцовой керамики на основе твердых растворов системы $\text{KNbO}_3\text{--NaNbO}_3$

Ильина Т.С.¹, Кислюк А.М.¹, Киселев Д.А.¹, Калева Г.М.², Политова Е.Д.²

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Москва, Россия

² Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, 119991, Москва, Россия

e-mail: ilina.tatina@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.36.73.015

Керамика на основе ниобата калия-натрия $(\text{K,Na})\text{NbO}_3$ (KNN) рассматривается как наиболее перспективная замена Pb-содержащих пьезоэлектриков. Тем не менее, проблема поиска составов бессвинцовых материалов со свойствами, сопоставимыми с PZT, все еще не решена [1-3].

Доменная структура, процессы переключения поляризации керамик различного состава на основе KNN исследованы методом силовой микроскопии пьезоотклика (СМП) на сканирующем зондовом микроскопе MFP-3D (Asylum Research, США). Получены изображения as-grown доменной структуры для всех исследуемых образцов. Индуцированные домены создавались поляризацией квадратных областей (структура box-in-box) постоянным напряжением различной величины и полярности. Все измеренные образцы демонстрируют ярко выраженный контраст после поляризации. Образованные домены стабильны во времени. На рис.1 в качестве примера представлены результаты локальной поляризации для керамики KNN-BT-Ni с добавлением ZnO (10 – 40 моль. %) [4].

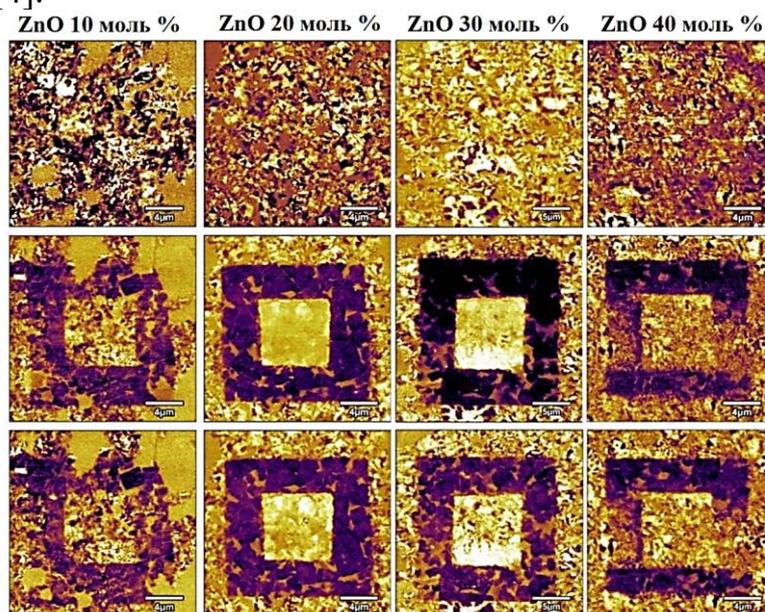


Рис. 1. СМП изображения исходной доменной структуры (верхний ряд), сразу после поляризации постоянным напряжением 30 В (средний ряд) и спустя 2 часа (нижний ряд) для образцов KNN-BT-Ni с добавлением ZnO (10-40 мол. %)

Для исследуемых в работе образцов получены остаточные петли пьезоэлектрического гистерезиса. Экспериментально установлено, что значения пьезоэлектрического коэффициента d_{33} увеличились с 50 пкМ/В (для 10 моль. % ZnO) до 200 пкМ/В в керамике с 30 моль. % ZnO (рис.2). Следует отметить, что значения локального d_{33} , измеренные при +30 В ниже, чем при -30 В. Это может быть связано с наличием не-180° доменов [5].

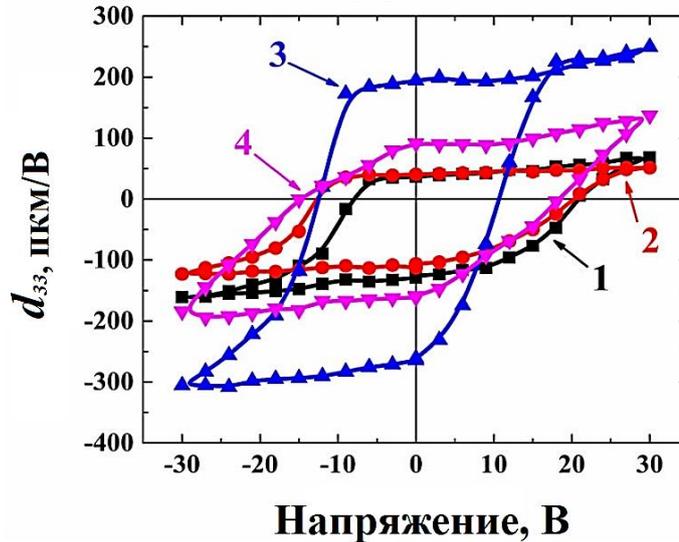


Рис. 2. Остаточные петли пьезоэлектрического гистерезиса для образцов KNN-BT-Ni с добавлением ZnO (10 моль. % – кривая 1, 20 моль. % – кривая 2, 30 моль. % – кривая 3, 40 моль. % кривая 4)

Высокие значения локальных пьезоэлектрических коэффициентов, значение которых достигает 200 пкМ/В, полученные для исследуемых образцов, подтверждают перспективность разработки новых бессвинцовых материалов путем модификации керамик на основе KNN.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-03-00372) и Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания в сфере науки (проект № 0718-2020-0031) и госзадания по теме № 45.22 (АААА-А18-118012390045-2).

Список литературы:

- [1] S.J. Zhang, R. Xia and R.T. Shrout, *Journal of Electroceramics*, **19**, 251 (2007).
- [2] T. Takenaka, H. Nagata, and Y. Hiruma, *Japanese Journal of Applied Physics*, **47**, 3787, (2008).
- [3] P.K. Panda, *Journal of Materials Science*, **44**, 504 (2009).
- [4] E.D. Politova *et al.*, *Materials, Methods & Technologies*, **13**, 91 (2019).
- [5] D.E. Dausch, *Ferroelectrics*, **19**, 31 (1998).

Процесс наноструктурирования пленочных нанокомпозитов и его влияние на поверхностные и оптические свойства

Криничная Е.П.¹, Иванова О.П.¹, Завьялов С.А.², Журавлева Т.С.¹

¹Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля, РАН, 119334, г. Москва, ул. Косыгина 4, Россия

²Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва,
пл. Академика Курчатова 1, Россия
e-mail: elkrina@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.55.92.016

В настоящее время исследования по модификации полимерных покрытий наноразмерными неорганическими наполнителями с целью улучшения структурных, электрофизических и оптических свойств представляют интерес для создания высокоэффективных устройств в области микро-, опто- и наноэлектроники.

В вакуумных условиях соконденсацией паров мономера (*n*-ксилилена) и паров CdS на охлаждаемые до температуры жидкого азота подложки с последующей полимеризацией соконденсата при разогреве до комнатной температуры получены нанокомпозитные пленки с концентрацией наночастиц $C_{CdS} \approx 2 \div 90$ об.% на поверхности подложек из оптического кварца и монокристаллического кремния в специальной установке, описание которой представлено в [1,2]. Установлена взаимосвязь между условиями синтеза и особенностями процесса формирования пленок, изучены их поверхностные и оптические свойства. Толщина нанокомпозитных плёнок ППК–CdS составляла $d \sim 0.2 \div 1.0$ мкм. Для сравнения морфологии и структуры поверхности этим же способом были получены чистые пленки ППК и CdS.

Процессы формирования пленочных нанокомпозитов на поверхности подложек и анализ надмолекулярной структуры их приповерхностного активного слоя изучены методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в контактном режиме сканирования на микроскопе СММ–2000 (ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», г. Зеленоград, Россия) с использованием кантилеверов из нитрида кремния марки MSCT-AUHW фирмы "Veeco". Обработка полученных АСМ данных проводилась с помощью специального программного обеспечения (Scan Master).

Спектры оптического поглощения записывали в диапазоне 200–900 нм (спектрофотометр TU-1901 фирмы Beijing Purkinje General Instrument Corporation Ltd.).

В результате проведенных исследований методом АСМ выявлены закономерности и характерные особенности формирования нанокомпозитных пленок ППК–CdS на поверхности подложек. Построены гистограммы дифференциального распределения частиц по размерам, получены интегральные кривые гранулометрического состава и вычислены значения среднеквадратичной шероховатости поверхности. Для всех полученных

образцов нанокompозитных пленок определены критические значения концентраций наночастиц CdS, диспергированных в полимерной матрице разной толщины, при которых происходит наноструктурирование поверхностного слоя. Для пленок ППК–CdS ($d \sim 0.2$ мкм) с концентрациями наночастиц $C_{CdS} \leq 13.5$ об. % установлено, что упорядочение поверхностной структуры тонких пленок с образованием периодического рельефа поверхности в виде наноглобул наблюдается при концентрации $C_{CdS} \sim 13.5$ об. % [3]. Приповерхностный слой пленок ($d \sim 0.2 \div 1.0$ мкм) с $C_{CdS} < 10$ об. % состоит в основном из аморфных нанообъектов, напоминающих параллельно ориентированные к плоскости подложки нановолокна с небольшим количеством сферических частиц или полусферических наноглобул, хаотично расположенных на их поверхности. При концентрации наночастиц $C_{CdS} \approx 10 \div 15$ об. % происходит заметная наноструктуризация поверхности композитных пленок. Дальнейшее увеличение концентрации диспергированных наночастиц в полимерной матрице C_{CdS} от ~ 15 до 90 об. % приводит к формированию более плотных слоев пленок с образованием разного типа упорядоченных поверхностных наноструктур в виде выступающих наноглобул, сферолитов, нанокластеров, дендритных и фрактальных фигур. Проведенный сравнительный анализ характеристик элементов структурной организации приповерхностного слоя нанокompозитных пленок ППК–CdS и изменений в спектрах оптического поглощения указывает на происходящие в структуре поли-*n*-ксилиленовой матрицы изменения, которые обусловлены присутствием наночастиц CdS, зависят от их концентрации и толщины сформированных пленок.

Установлено, что особенности формирования и наноструктурирования приповерхностного активного слоя пленочных нанокompозитов ППК–CdS свидетельствуют о появлении упорядоченности в поли-*n*-ксилиленовой матрице, обусловленной механизмом полимеризации и предполагаемой ее частичной кристаллизацией в присутствии наноразмерных частиц CdS. Полученные результаты могут быть полезны при разработке новых композиционных покрытий на основе поли-*n*-ксилилена и наноразмерных неорганических частиц методом полимеризации из газовой фазы.

Данная работа была выполнена в рамках государственного задания ИБХФ им. Н.М. Эмануэля РАН (№01201253304) и поддержана РФФИ (грант №18-03-00582).

Список литературы:

- [1] S. Zavyalov, A. Pivkina, J. Schoonmam, *Solid State Ionics*, 2002, 147, 415-423.
- [2] Е.И. Григорьев, С.А. Завьялов, С.Н. Чвалун, *Российские нанотехнологии*, 2006, 1, 1-2, 58-70.
- [3] Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев, Т.С. Журавлева, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2012, 1, 28-36.

Применение атомно-силовой микроскопии для диагностики поверхности нанопористых алюмооксидных мембран

Кокатев А.Н.^{1,2}, Васильев С.Г.¹, Яковлева Н.М.^{1,2}, Гусейнов Ш.Ф.¹, Степанова К.В.¹

¹ФГБОУ ВО «Петрозаводский государственный университет»

²ООО «Нелан-оксид плюс»

e-mail: nelan-oxid@bk.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.32.30.017

Нанопористые алюмооксидные мембраны (НПАОМ) имеют ряд преимуществ по сравнению с другими мембранными материалами (полимерными, керамическими и др.), такие как самоорганизованная пористая структура, задаваемый условиями получения размер пор, высокая удельная поверхность и аспектное соотношение, термическая и химическая стабильность, нетоксичность и биосовместимость. В настоящее время НПАОМ используются для ультратонкой фильтрации, темплайт-синтеза наноматериалов (нанопроволок, нанотрубок и др.), а так же в качестве платформы для биосенсоров и исследования процессов роста клеток.

В связи с этим важным становится вопрос контроля структуры поверхности, размерных параметров и степени готовности НПАОМ в процессе их изготовления. Такой контроль можно осуществлять не только традиционным методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), но и методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Метод АСМ обладающий достаточно высоким пространственным разрешением и чувствительностью в последнее время часто применяется для исследования морфологии поверхности различных материалов в нанометровом масштабе, дополняя метод СЭМ.

Объектами исследования являлись НПАОМ, изготовленные на основе нанопористых анодных оксидов алюминия (НПАОА). Формирование НПАОА выполнялось двух- и трехступенчатым анодированием алюминия (А99, А5м) при постоянном напряжении или плотности тока в водных растворах различных кислот (20% H_2SO_4 , 3% $C_2H_2O_4$ и др.). В ряде случаев для получения проницаемых мембран после анодирования осуществлялась процедура утонения барьерного слоя НПАОА в основании ячеек путем уменьшения плотности тока или напряжения анодирования [1]. Получение отделенной от металлической подложки НПАОМ проводилось путем химического травления алюминия или барьерного слоя НПАОА.

Контроль изготовления НПАОМ на разных стадиях процесса выполнялся методом полуконтактной атомно-силовой микроскопии (АСМ) на сканирующем зондовом микроскопе «Солвер-нект» (НТ-МДТ). Использовались стандартные кантилеверы NSG01 с радиусом кривизны зонда ~ 10 нм, жесткостью (1.45 – 15.1) н/м и резонансной частотой (87-230) кГц. Размер области сканирования изменялся в диапазоне от 1 до 25 μm^2 . Сканировалось от 2 до 5 участков

поверхности. С помощью пакета программ «Image Analysis P9» проводилась первичная обработка изображений (сначала фильтрация с применением линейного фильтра Gaussian и нелинейного фильтра Hybrid Median, затем устранение наклона изображения цветовой коррекцией Flatten Correction) и расчет диаметра ячеек и пор методом Roughness 2D и построение распределений объектов изображений по размерам (с помощью процедуры Grain Analysis)

Показано, что использование двухступенчатого анодирования и процедуры утонения барьерного слоя позволяет сформировать НПАОМ размером до 5×5 см² и толщиной 25-80 мкм. Причем путем выбора режимов двухступенчатого анодирования могут быть получены НПАОМ с различной морфологией поверхности: (1) симметричные, характеризующиеся близким диаметром пор d_p по всей толщине мембраны; (2) ассиметричные, размер пор которых резко отличается для сторон мембраны. Для симметричных НПАОМ, сформированных в 20% H₂SO₄ величина $d_p=(15 \pm 2)$ нм. Ассиметричные мембраны, полученные в 3% C₂H₂O₄ (рис.1) характеризуются диаметром $d_{p1}=(45 \pm 5)$ нм (сторона 1) и $d_{p2}=(15 \pm 2)$ нм (сторона 2) полностью открытых пор.

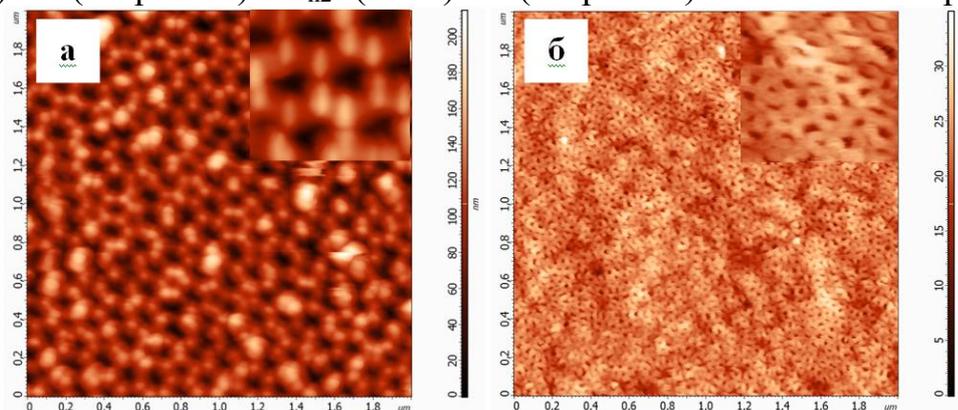


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности пористого – сторона 1 (а) и барьерного – сторона 2 (б) слоев ассиметричной НПАОМ.

Показано, что методика трехступенчатого анодирования алюминия с применением стадии реанодирования образцов в 12М H₂SO₄ при постоянном напряжении и 0°С с последующего химического растворения барьерного слоя, позволяет получить две идентичные по структуре проницаемые, симметричные НПАОМ с высокой степенью открытости пор с $d_p=(30 \pm 5)$ нм и (50 ± 5) нм.

Таким образом, результаты работы показывают перспективность применения метода АСМ для диагностики и анализа морфологии НПАОМ в процессе их получения.

Список литературы:

[1] J.-H. Yuan, X.-H. Xia, X.-H. Lin, J. Electroanal. Chem, **V.600**, P.257-264 (2007).

Исследование влияния интенсивной пластической деформации на структуру поверхности аморфных лент на основе Fe и Al

Мирончук Б.С., Дрозденко А.А., Божко С.И., Аронин А.С.

Россия, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела РАН

e-mail: bogdan25061997@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.33.75.019

Аморфные материалы вызывают большой интерес как материалы, обладающие высокими механическими характеристиками [1]. С этой точки зрения, интересным является изучение влияния механических воздействий на аморфные сплавы. Механизмом деформации аморфных сплавов при комнатной температуре является формирование и распространение полос сдвига, по которым и происходит хрупкое разрушение образца. Исследование поверхностей аморфных сплавов после пластической деформации позволяет судить о возможности образования сдвиговых полос, их морфологии и эволюции.

Методами сканирующей и зондовой микроскопии исследовано влияние интенсивной пластической деформации (методом кручения под высоким давлением) на структуру поверхности образцов на основе Fe и Al. Выбор образцов был обусловлен существенно разными упругими характеристиками основного компонента сплава (модуля Юнга, модуля сдвига). Образцы были подвержены ИПД при комнатной температуре (T_r), при давлении от 4 до 6 ГПа и с различным количеством оборотов в зависимости от образца.

Снимки поверхностей образцов получены на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения Supra 50VP с увеличениями от 150 до 50000. Рельеф поверхности получен при помощи зондового микроскопа. Получены трехмерные изображения поверхностей, показано, что высота ступенек на поверхности меняется в диапазоне от нескольких нанометров до сотен нанометров. Обнаруженные характерные размеры структур на поверхности образцов, а также результаты расчетов “величины деформации”, позволяет оценить влияние упругих констант материала, а также соотнести энергию активации формирования полос сдвига в образцах различного состава.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичной поддержке РФФИ (проект 19-03-00355).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

[1] J. Gilman. Journal de Physique Colloques, 1980, 41 (C8), pp.C8-811-C8-819.

Магнитно-силовая микроскопия релаксационных процессов на поверхности ферромагнетика

Семенова Е.М.¹, Синкевич А.И.¹, Кузнецова Ю.В.¹, Ляхова М.Б.¹, Карпенков А.Ю.^{1,2},
Антонов А.С.^{1,3}, Сдобняков Н.Ю.¹

¹ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»
170002, Россия, Тверь, Садовый пер., 35

²ФГБОУ ВО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова»
119991, Россия, Москва, Ленинские горы, 1

³ФГБОУ ВО «Тверская государственная сельскохозяйственная академия»
170904, Россия, Тверь, ул. Маршала Василевского, 7
semenova_e_m@mail.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.28.10.020

Классические методы исследования магнитной доменной структуры (ДС) поверхности массивных кристаллов опираются в основном на возможности оптической микроскопии [1, 2]. Распространенными способами выявления ДС служат оптические эффекты Керра и метод магнитного коллоида. Первый способ эффективен, если имеется составляющая намагниченности перпендикулярная плоскости наблюдения (полярный эффект Керра). При этом ДС выявляется достаточно четко, демонстрируя области, в которых намагниченность отличается по направлению или величине градиентами оттенков серого. Второй способ, с применением магнитного коллоида, позволяет декорировать градиенты, создаваемые полями рассеяния доменов и их границ, что визуализирует конфигурацию ДС. Однако при этом, коллоид так же распределяется и в области градиентов, образованных границами фаз, зерен или дефектов, что затрудняет интерпретацию доменной структуры, полученной таким способом. У каждого из этих методов имеются свои преимущества, поэтому достаточно часто они используются как комплементарные. Наиболее эффективно они действуют при выявлении ДС магнетиков с магнитокристаллической анизотропией (МКА) типа «ось легкого намагничивания» (ОЛН). Возможности магнитно-силовой микроскопии (МСМ) позволяют с высокой точностью регистрировать градиенты магнитных полей рассеяния доменов на заданной высоте от поверхности наблюдения и, благодаря двухпроходной методике, исключать топографию рельефа. Изменение высоты второго сканирования дает возможность выявить не только структуру замыкающих доменов вблизи поверхности массивных кристаллов, но и поля рассеяния основных доменов.

В данной работе приводится результат исследования релаксационной трансформации магнитной доменной структуры поверхности ферромагнетика. Равновесная структура замыкающих доменов на поверхности массивного ферромагнитного кристалла может измениться в результате механических воздействий на нее [3]. В экспериментах по исследованию ДС это важно

учитывать, так как полировка поверхности является неотъемлемой частью пробоподготовки, однако, при этом теряется информация о возможных морфологических и фрактальных свойствах поверхности [4].

На рис. 1 приведены изображения ДС поверхности, полученные оптическим методом Керра (а,б,в) и МСМ (г,д,е). На снимках (а, г) представлены изображения, полученные через несколько минут после механической полировки базисной плоскости монокристалла $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$. Видно, что на оптике слабо выявляется контраст лабиринтной ДС, а метод МСМ при этом уверенно выявляет доменные границы. Наблюдаемые МСМ-изображения позволяют получить информацию о том как изменилась магнитная структура поверхности после полировки. Следующие изображения, полученные через 3 часа (рис. 1 б,д) и 10 часов (рис. 1 в,е) соответственно дают представление о процессе трансформации ДС поверхности к равновесному состоянию.

В работе проводится анализ данных МСМ, по перестройке магнитной ДС поверхности в процессе релаксации.

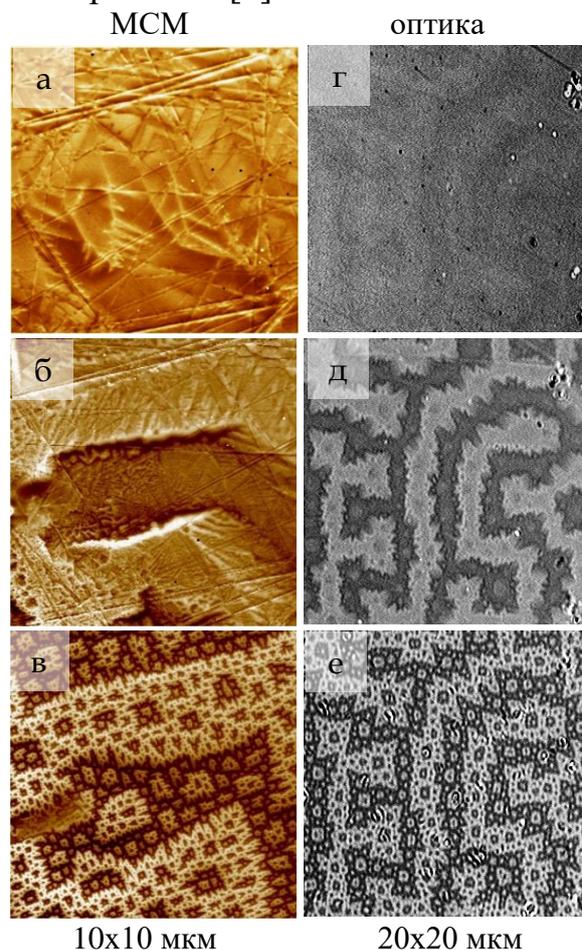


Рис.1. Доменная структура базисной поверхности соединения $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$.

Исследование выполнено на оборудовании Центра коллективного пользования ТвГУ при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-37-70007.

Список литературы:

- [1] A. Hubert, R. Schafer, Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1998).
- [2] Ю.Г. Пастушенков, Магнитная доменная структура. Количественный анализ микромагнитных параметров: монография, Тверской государственный университет, Тверь (2007).
- [3] E. Semenova, M. Lyakhova, D. Karpenkov, Y. Kuznetsova, A. Karpenkov, K. Skokov, EPJ Web of Conferences 185, 04027 (2018).
- [4] Н.Ю. Сдобняков, Т.Ю. Зыков, А.Н. Базулев, А.С. Антонов, Вестник ТвГУ, серия «Физика». 41(6), 112 (2009).
- [5] Н.Ю. Сдобняков, А.С. Антонов, Д.В. Иванов, Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях: монография, Тверской государственный университет, Тверь (2019).

Определение работы выхода электронов в металлических нанопроволках методом электростатической силовой спектроскопии

Давлеткильдеев Н.А.¹, Соколов Д.В.¹, Черкасов Д.А.², Загорский Д.Л.²

¹Омский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук, г. Омск, 644024 Россия

²ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

e-mail: dzagorskiy@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.77.82.021

Перспектива применения металлических нанопроволок (НП) в наноэлектронике требует разработки методов исследования их электрофизических свойств [1]. В настоящей работе электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) была использована для исследования работы выхода электрона из индивидуальных НП по методике, описанной в [2]. В работе [3] выполнен теоретический анализ латерального разрешения метода ЭСМ при исследовании индивидуальных металлических НП выполнен, однако отсутствует количественный анализ контраста их ЭСМ-изображений.

В настоящей работе массив вертикально-ориентированных НП (Fe, Ni, Co) был получен методом матричного синтеза [4], Длина НП составляла несколько мкм, а диаметр – порядка 100 нм. НП диспергировались в дихлорметане и высаживались на SiO₂/Si. Кроме того, пленки из этих металлов были получены электроосаждением на плоскую поверхность. ЭСМ-измерения образцов проводились на воздухе в полуконтактном режиме по двухпроходной методике с прикладываемыми напряжениями смещениями к зонду, равными ± 3 , ± 5 , ± 7 В).

Из анализа поперечных профилей ЭСМ-изображений (рис. 1) определялась контактная разность потенциалов, а затем – работа выхода электрона в индивидуальных НП. Работа выхода из пленок тех же металлов изучалась с помощью ЭСМ и метода зонда Кельвина (МЗК). Полученные результаты, а также литературные данные для объёмных материалов приведены в таблице 1.

Полученные значения работы выхода для НП и пленок заметно ниже, чем для объёмных материалов [5-7]. Работа выхода для индивидуальных НП из Fe близка к значениям для отожженных при различных температурах пленок [6]. Для кобальтовых НП и пленок значения работы выхода близки для обоих методов, и соответствуют ранее полученным данным [6]. Аномально низкая работа выхода по сравнению с литературными данными наблюдается для никелевых НП [7].

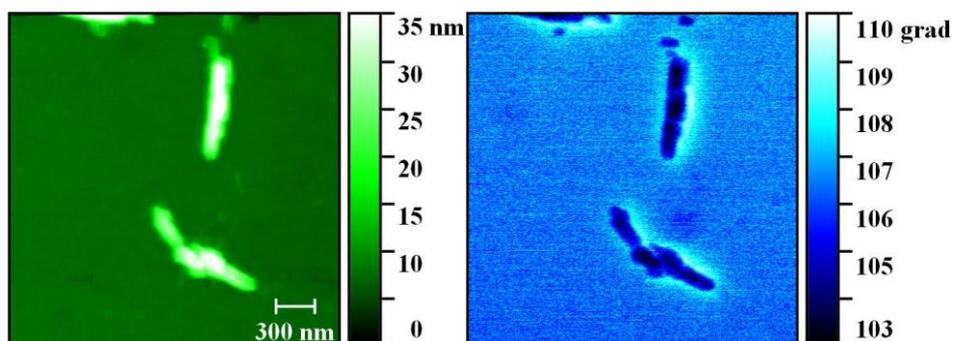


Рис. 1. Пример топографического изображения (слева), полученного на первом проходе, и ЭСМ-изображения (справа) на втором проходе для Ni НП.

Работа выхода, эВ	НП	Слои (ЭСМ)	Слои (МЗК)	Литература
Fe	4.24±0.28	4.77±0.21	4.47±0.04	4.67 [5], 4.10 [6]
Ni	4.0±0.28	5.05±0.07	4.50±0.04	5.04 [5], 4.41 [7]
Co	4.52±0.32	4.51±0.05	4.43±0.07	5.0 [5], 4.43[6]

Таблица 1. Работа выхода электрона для индивидуальных НП, слоев (два метода) и объёмных образцов (литературные данные).

Работа выхода в индивидуальных НП ниже, чем из слоев того же состава, за исключением кобальта. Это может быть связано с малыми размерами и большой кривизной поверхности НП. Теоретически было показано, что при уменьшении радиуса металлических частиц работа выхода может уменьшаться [8]. Полученные результаты обсуждаются. Работа выхода электрона в индивидуальных металлических НП была экспериментально исследована впервые.

Работа выполнена по государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН (Москва) и по государственному заданию ОНЦ СО РАН, проект № П.9.2.1 (Омск).

Список литературы:

- [1] K.V. Frolov et al, *J. Magnetism and Magnetic Materials* **489**, 165415 (2019).
- [2] N.A. Davletkildeev et al., *Material Letters* **161**, 534 (2015).
- [3] G. Sacha, "Contrast and Resolution of NW in EFM" in *IEEE Trans. Nanotech*, V. 8, no. 2, pp. 148. (2009).
- [4] D.L. Zagorskii et al. *Physics of the Solid State* **61**(9), 1634 (2019).
- [5] J.R. Rumble, *Handbook of Chemistry and Physics* (CRC-Press), **12** (2008).
- [6] J.Heras, E.V. Albano, *Thin Solid Films* **106**(4), 275 (1983).
- [7] R.G. Wilson, *Journal of Applied Physics* **37**, 2261 (1966).
- [8] В.И. Бородин, *Успехи современного естествознания* **2**, 71 (2005).

Исследование методом атомно-силовой микроскопии морфологии поверхностного слоя полимерных мембран

Гайнутдинов Р.В.¹, Кравец Л.И.², Рогачев А.А.³, Ярмоленко М.А.³

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Москва, Ленинский пр. 59, Россия

²Объединенный институт ядерных исследований, Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н. Флерова,
Дубна, ул. Жолио-Кюри 6, Россия

³Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, Гомель, ул. Советская 104, Беларусь
e-mail: radmir@crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.47.80.022

В настоящее время для модифицирования свойств полимерных пленок, мембран, волокон и т.п. используют нанесение на поверхность тонких, в том числе наноразмерных, слоев полимеров иной химической природы. Такое модифицирование позволяет в широких пределах изменять поверхностные свойства исходных материалов. Существуют различные методы нанесения полимерных покрытий на поверхность изделий. Наибольший интерес представляет метод формирования покрытий из активной газовой фазы, получаемой диспергированием полимеров под воздействием пучка ускоренных электронов. Для изучения морфологии поверхности осажденных покрытий используют метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), который позволяет получать данные по шероховатости поверхностного слоя и ее изменению в результате модифицирования материалов.

В данной работе проведено исследование морфологии и смачиваемости поверхностного слоя наноразмерных полимерных покрытий, осажденных на поверхности полиэтилентерефталатной трековой мембраны (ПЭТФ ТМ) методом электронно-лучевого диспергирования (ЭЛД) полимеров в вакууме. В экспериментах использовали ПЭТФ ТМ толщиной 9.5 мкм эффективным диаметром пор 250 нм (плотность пор $2 \times 10^8 \text{ см}^{-2}$). Мишенями для нанесения покрытий служили порошки сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) со средней молекулярной массой $5 \times 10^6 \text{ г/моль}$ и плотностью 0.93 г/см^3 (ForesightGlobalFZE, UAE) и политетрафторэтилена (ПТФЭ), плотность которого составляла 2.15 г/см^3 (AldrichCo.). Топографию поверхности мембран изучали с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRA Prima (NT-MDT, Spectrum Instruments, Russia) в прерывисто-контактном режиме с использованием кремниевых зондов HA_FM. Смачиваемость поверхности мембран характеризовали значениями углов смачивания по деионизованной воде, измеренными с помощью установки "EasyDropDSA100" (KRUSS, Germany).

Полученные экспериментальные данные свидетельствуют о значительном различии морфологии и смачиваемости поверхностного слоя исходной мембраны и композиционных мембран, формируемых в процессе осаждения на

ее поверхности покрытий. Так, нанесение на поверхность мембраны покрытий путем диспергирования СВМПЭ приводит к образованию композиционных мембран, состоящих из двух слоев, одним из которых является исходная трековая мембрана, характеризующаяся средним уровнем гидрофильности. Угол смачивания по воде этого слоя составляет 65° . Второй слой имеет гидрофобную природу, величина угла смачивания которого, в зависимости от его толщины, изменяется от 92° до 125° . Такое изменение смачиваемости покрытий, обладающих гидрофобными свойствами, обусловлено ростом шероховатости их поверхностного слоя (рис. 1а, б) при увеличении толщины осажденного полимера[2].

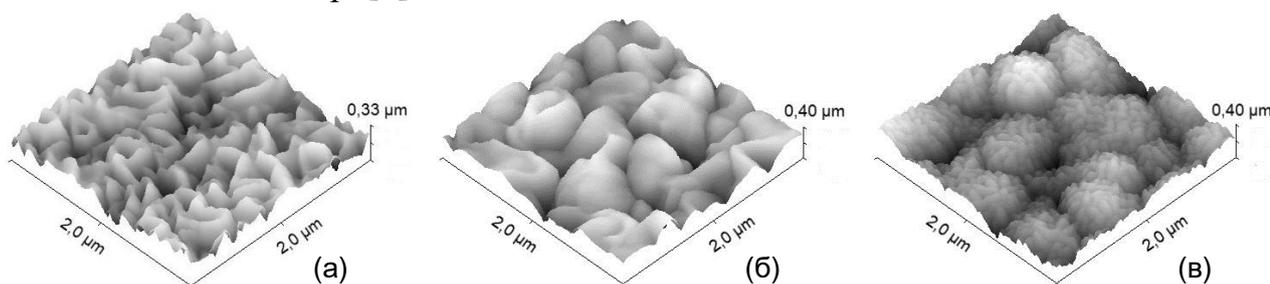


Рис. 1. АСМ изображения поверхности ПЭТФ ТМ после нанесения покрытия из СВМПЭ толщиной 400 (а) и 1200 нм (б); после нанесения двухслойного покрытия: первого слоя СВМПЭ толщиной 1200 нм и второго слоя ПТФЭ толщиной 100 (в).

Осаждение на поверхности покрытия СВМПЭ с морфологически развитой структурой второго полимерного слоя толщиной от 50 до 100 нм, получаемого диспергированием ПТФЭ, приводит к формированию покрытий, обладающих супергидрофобными свойствами. Значения углов смачивания для этого типа композиционных мембран, как показывают экспериментальные данные, в зависимости от общей толщины покрытия, изменяются от 150° до 160° . Формирование супергидрофобного покрытия объясняется более низкой поверхностной энергией пленки из ПТФЭ, а также большей шероховатостью ее поверхности в сравнении с покрытием из СВМПЭ. Кроме того, в этом случае мы наблюдаем образование полимерных покрытий с иерархической структурой (рис. 1в). Композиционные мембраны подобного образца могут быть применены в процессах мембранной дистилляции для опреснения морской воды.

Работа выполнена при поддержке науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

- [1] L.I. Kravets, M.A. Yarmolenko, A.A. Rogachev, R.V. Gainutdinov, V.A. Altyinov, and N.E. Lizunov, *HighTemp. Mater. Proc.*, **23**, 77 (2019).
- [2] J. Bico, C. Tordeux, and D. Quere, *Europhys. Lett.*, **55**, 214 (2001).

Наноструктурирование доменов в сегнетоэлектрических кристаллах PMN-0.4РТ с помощью зонда АСМ

Боднарчук Я.В., Волк Т.Р., Гайнутдинов Р.В.

Институт Кристаллографии им. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, 119333

e-mail: deuten@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.80.98.023

Актуальной задачей физики сегнетоэлектричества является поиск и расширение материалов в нанотехнологии доменов микроскопическими методами для высокотехнологичных применений. В работе представлены результаты по созданию доменов в кристаллах $(\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - x\text{PbTiO}_3$ (PMN-xPT), обладающих исключительно высокими значениями пьезокоэффициентов d_{ij} , и возможностью повысить d_{ij} путем увеличения плотности доменных стенок.

В работе представлены результаты записи доменов методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в сегнетоэлектрических кристаллах $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - 0.4\text{PbTiO}_3$ (PMN-0.4PT) [1]. Эффективным способом контроля плотности доменных стенок является создание доменов полем зонда АСМ. При АСМ записи доменов обнаружено формирование так называемых “аномальных” доменов [2, 3]. В отличие от “нормального” домена (Рис 1а, b), в центре “аномального” домена имеется область с P_s , противоположной направлению поля (Рис. 1с, d). Согласно модели [2, 3] аномальная область обусловлена полем пространственного заряда E_{sc} , возникающим в результате инжекции электронов из зонда.

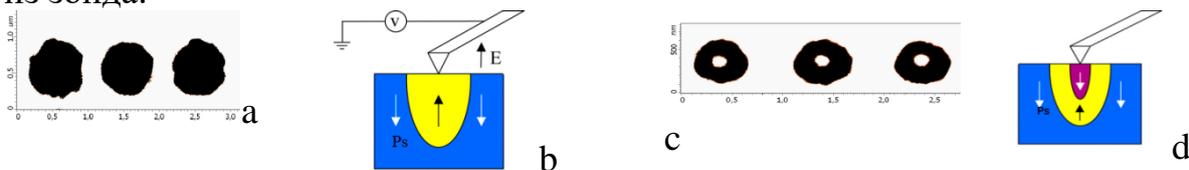


Рис. 1. PFM изображения нормальных (а) и аномальных (с) доменов и их схематическое представление (b и d, соответственно).

На примере PMN-0.4РТ впервые выполнено систематическое исследование аномальных доменов в неупорядоченном сегнетоэлектрике. Экспозиционные условия (напряжение поля зонда U_{tip} и время экспозиции t_p), определяющие появление “аномальной области”, характеризуются большим разбросом значений по поверхности в отличие от модельных сегнетоэлектриков (BaTiO_3 , LiNbO_3), в которых формирование аномальных доменов носит пороговый характер. При сопоставлении локальных напряжений U_{tip} ,

определяющих возникновение аномальных доменов, и локальных петель пьезоэлектрического гистерезиса $H_w - U_{tip}$ в этих же нанобластях установлена качественная корреляция пороговой величины U_{tip} и локального смещающего напряжения U_b .

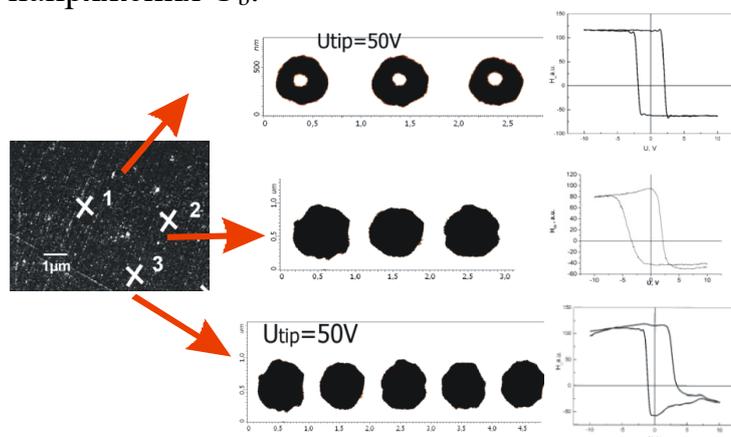


Рис. 2. Корреляция формы доменов с характеристиками петель гистерезиса. В точках 2 и 3 $U_b = 0.625$ V и 0.5 V, соответственно, формируются аномальные домены; в точке 1 $U_b = 0.01$, домены аномальны (во всех случаях $U_{tip} = 50$ V).

Показано, что возникновение нормальных (однородно поляризованных) доменов характерно для нанобластей с высоким U_b . В рамках модели инжекции это означает, что необходимым условием формирования аномальных доменов является $E_{sc} > E_b$ (где E_{sc} - поле пространственного заряда, E_b - локальное поле смещения). Таким образом, разброс экспозиционных условий возникновения аномальных доменов связан с характерным для неупорядоченных систем пространственным разбросом характеристик петель гистерезиса. Исследованы процессы релаксации записанных доменов. Аномальные домены характеризуются высокой устойчивостью (десятки и сотни часов), обусловленной эффектом самостабилизации, характерным для встречных доменов.

Данная работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. При выполнении работы использовалась аппаратура ЦКП ИК РАН (Проект. RFMEFI62114X0005).

Список литературы:

- [1] R. V. Gainutdinov, Ya. V. Bodnarchuk, T. R. Volk, X.Y. Wei, and Xin Liu, J. Appl. Phys. 2019.126, 024101.
- [2] S. Buhlmann, E. Colla and P. Muralt, Phys. Rev. B 2005. 72. 214120.
- [3] L.Kholkin, I. K. Bdikin, V. V. Shvartsman, and N A Pertsev, Nanotechnology. 2007. 18, 095502.

**Секция 7.
Электронная и ионная литография.
Микроскопия в современных технологиях**

Исследование влияния параметров электронного облучения на электрофизические свойства SiO_2/Si структур и рост графеноподобных пленок

Князев М.А., Седловец Д.М., Солтанович О.А., Ковешников С.В.

*Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, г. Черноголовка
e-mail: maleksak@iptm.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.44.60.025

Недавно было показано, что электронное облучение стимулирует селективный рост графеноподобных пленок (ГПП) [1], полученных в процессе газофазного синтеза на подложках термически окисленного кремния. Данные ГПП обладают металлической проводимостью и могут использоваться в качестве электродов, что может иметь практическое применение в различных микроэлектронных устройствах, например, при создании локальной металлизации на оксиде кремния. Однако причины и механизмы влияния облучения электронным пучком на рост ГПП до сих пор надежно не установлены и требуют изучения. Понимание этих причин и механизмов позволит более уверенно контролировать рост ГПП и их параметры. В данной работе исследовались электрофизические свойства МДП структур, полученных осаждением ГПП в процессе газофазного синтеза на подложки SiO_2/Si , предварительно облученные электронным пучком с энергиями 3 кэВ и 5 кэВ. В качестве контрольных рассматривались МДП структуры, полученные нанесением проводящего контакта на необлученные участки пластины, прошедшей цикл газофазного синтеза, а также МДП структуры с алюминием, термически напыленным на исходные пластины SiO_2/Si . В качестве подложек использовался термически окисленный кремний n-типа марки КЭФ-4.5 с толщиной окисла 200 нм. Для характеристики структур использовался метод вольтфарадных характеристик (ВФХ), позволяющий получать информацию о заряженных дефектах в диэлектрике и поверхностных состояниях на интерфейсе диэлектрик-полупроводник. ВАХ, полученные на контрольных структурах $\text{Al}/\text{SiO}_2/\text{Si}$, показывают наличие небольшого встроенного положительного заряда и достаточно хороший интерфейс (кривые 1 на рис.1а и 1б). Облучение таких структур электронами (кривая 3 на рис. 1б) приводит к существенному изменению ВФХ, показывающих значительное увеличение плотности поверхностных состояний на интерфейсе, а также наличие положительного встроенного заряда (кривая 3 на рис. 1б). Исследования МДП структур с ГПП показали, что структуры с пленками, синтезированными после облучения электронами 5 кэВ, имеют почти такие же ВФХ, что и структуры $\text{Al}/\text{SiO}_2/\text{Si}$, не подвергнутые облучению (кривая 2 на рис.1а). Небольшие отличия вызваны наличием донорных центров, которые дают положительный заряд. Дополнительного встроенного заряда по сравнению со структурами $\text{Al}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ в

диэлектрике не наблюдается. ВФХ структур, полученных после облучения электронами с энергией 3 кэВ (кривая 3 на рис.1а), значительно отличаются от контрольных необлученных структур Al/SiO₂/Si. Их наклон существенно больше, что вызвано наличием как донорных, так и акцепторных состояний. Возможно появление небольшого встроенного отрицательного заряда. Наличие участка глубокого обеднения на ВФХ (при U < -6 В) свидетельствует об изменении условий генерации неосновных носителей вблизи интерфейса SiO₂/Si на этих структурах. МДП структуры, полученные на необлученных участках пластины, прошедшей цикл газофазного синтеза (кривая 2 на рис.1б), показывают как наличие значительной плотности поверхностных состояний на границе кремний-окисел, так и наличие заряда в диэлектрике.

Полученные результаты говорят о том, что облучение подложек SiO₂/Si электронами с энергиями 3 кэВ и 5 кэВ вносит существенные изменения в дефектную структуру диэлектрика и интерфейса диэлектрик-полупроводник. Можно предположить, что, несмотря на то, что заряд, внесенный при облучении, может стекать при нагревании в процессе синтеза ГПП, изменения дефектной структуры диэлектрика и интерфейса не отжигаются при этом и приводят к стимулированному росту ГПП на облученных участках подложки. Для проверки этих предположений требуются дальнейшие исследования.

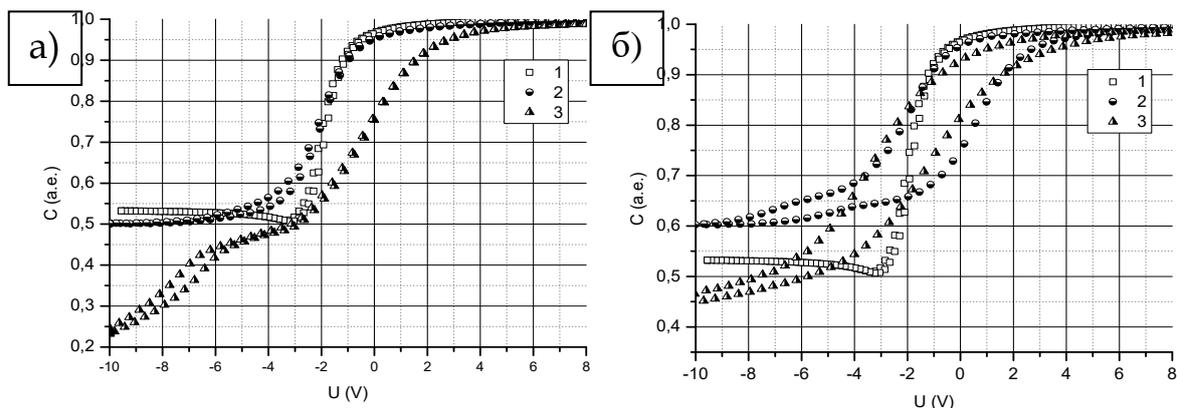


Рис. 1. ВФХ исследованных МДП структур на подложках SiO₂/Si.
а) необлученная МДП структура Al/SiO₂/Si(1); структуры с ГПП, выращенными после облучения в РЭМ с энергиями 5 кэВ (2) и 3 кэВ (3).

б) необлученная МДП структура Al/SiO₂/Si (1); МДП структура на неэкспонированном участке подложки после газофазного синтеза (2); МДП структура Al/SiO₂/Si, облученная электронами с энергией 3 кэВ.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ № 19-29-03035

Список литературы:

[1] М.А. Knyazev, D.M. Sedlovets, O.V. Trofimov, A.N. Redkin., *Materials Research Bull.*, Volume 86, Page 322, (2017).

Ferroelectric domain patterning by ion beam in non-polar cut lithium niobate

Pashnina E.A., Chezganov D.S., Vlasov E.O., Turygin A.P., Nuraeva A.S., Shur V.Ya.

*School of Natural Sciences and Mathematics, Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia
e-mail: Elena.Pashnina@urfu.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.71.66.026

The domain switching by ion beam irradiation of single-domain Y-cut plates of congruent lithium niobate (LN) doped by 5 mol% MgO was studied. Dot irradiation resulted in the formation of wedge-like domains grown along Z– polar direction. The nonlinear dependences of the domain sizes on irradiation conditions were obtained. The model of domain growth on non-polar cut was proposed based on the kinetic approach. The absence of the domain merging was attributed to electrostatic interaction of the positive charges at the charged domain walls and injected positive ions. The domain pattern with period 1 μm has been created.

The LN crystals with periodical domain structures produced by various domain engineering methods are widely used for light frequency conversion in bulk and waveguide devices. The variety of methods have been used for field application including scanning by electron and ion beams. It was demonstrated that the irradiation by focused ion beam (i-beam) controlled by the lithographic system is a promising method for short-pitch domain poling due to highly localized nanosized field source induced by injected charges [1]. The switching on nonpolar cuts allows to produce the periodical structure in surface layer which can realize the waveguide devices with the largest nonlinear-optical and electro-optical coefficients.

We have studied the domain patterning by i-beam irradiation of Y+ surface of 1-mm-thick Y-cut optical grade single-domain plates of MgO-doped lithium niobate (MgOLN) single crystals [2]. The opposite surface covered by 100-nm-thick solid Cu electrode was grounded during irradiation. The dual-beam Auriga Crossbeam Workstation (Carl Zeiss NTS) equipped with i-beam lithography system Elphy Multibeam (Raith GmbH) was used for i-beam irradiation. The piezoresponse force microscopy (PFM) was applied for the surface domain imaging. The surface relief obtained after selective chemical etching in HF:HNO₃ 1:1 corresponding to domain structure was visualized by optical microscopy and by the scanning electron microscopy. The domain depth after etching was measured by atomic force microscope.

It was shown that the dot irradiation resulted in growth of the wedge-like domains in Z– polar direction (Fig. 1a). The nonlinear dose dependence of the domain length and width of base (Fig. 1b) was attributed to the nonlinear time dependence of backscattered ion emission resulting in a nonlinear decrease of the injected positive charge which generates the switching electric field. The current increase from 50 pA to 4 nA led to increase of domain length on 17% and width on 35%. This fact was

attributed to increasing of the i-beam spot. The obtained significant decrease in domain sizes with ion energy was explained as a result of an increase in secondary ion emission [3]. The selective etching allowed to measure the domain depth below 100 nm, which was governed by ion scattering in LN and surface sputtering by i-beam.

It was shown that the length of isolated needle-like domains depends on the periods of the irradiated dot row. Two distinguished situations were observed: (1) for periods above $3\ \mu\text{m}$ - the length decrease at the row edges due to lower total electric field caused by the absence of adjacent dots, (2) for periods below $3\ \mu\text{m}$ - the interaction of the charged domain walls was observed (Fig. 1c). Three types of the comb domain structures: (1) uniform, (2) quasiperiodic and (3) chaotic were obtained for various periods of irradiated dot row. The dot irradiation along polar direction did not lead the formation of stripe domain. The absence of the domain merging along polar direction was attributed to the deceleration of the forward growth by electrostatic interaction of the positive charges at the charged domain walls and injected positive ions.

We have proposed the model of the domain growth on LN non-polar cut induced by i-beam irradiation. Domain nucleates and grows along the polar axis in a thin surface layer under the action of the field polar component induced by the space-charge accumulated during i-beam irradiation. The charge is determined by ion energy, beam current and irradiation dose. The direction of the domain growth depends on the sign of injected charge. Thus, the positive charge injected by i-beam irradiation leads to the domain growth towards Z- polar surface.

The obtained results give a new insight in the problem of the domain interaction during forward growth and can provide useful basis for development of the nanodomain engineering applied for production of short-pitch non-linear optical frequency converters.

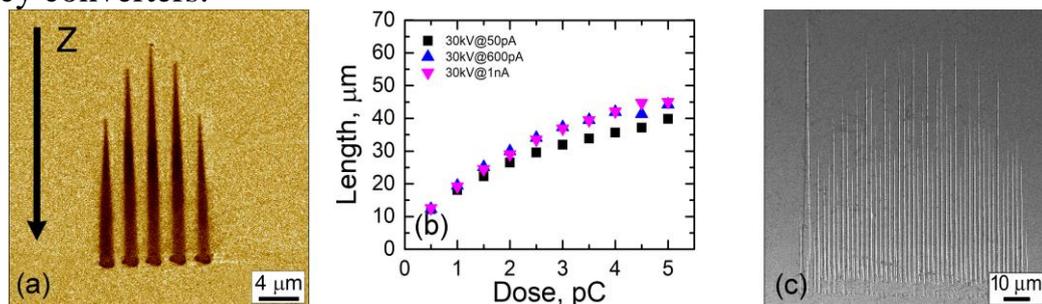


Fig. 1. “(a) PFM image of domains created by ion-beam, (b) dose dependence of domain length, (c) SEM image of created structure with $2.25\ \mu\text{m}$ period.”

The equipment of the Ural Center for Shared Use “Modern nanotechnology” Ural Federal University was used. The research was made possible by the Russian Science Foundation (grant № 19-72-00091).

- [1] D.S. Chezganov, V.Ya. Shur, et al., Appl. Phys. Lett. 110, 082903 (2017).
- [2] D.S. Chezganov, E.O. Vlasov, et al., Ferroelectrics, 559, 66 (2020).
- [3] K.F. Minnebaev, E.I. Rau, et al., Phys. Solid State 61, 1013 (2019).

Управление зарядом в ячейке резистивной памяти при облучении низкоэнергетичными электронами

Федотов М.И., Князев М.А., Ковешников С.В.

*Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, г. Черноголовка
e-mail: mihailfedotow@yandex.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.86.12.027

Практическое использование RRAM в энергоэкономных однобитовых однокристалльных системах и в мультибитовых системах, необходимых для создания адаптивных нейроморфных сетей, ограничено рядом нерешенных проблем. Самым серьезным сдерживающим фактором является низкая воспроизводимость от цикла к циклу ключевых параметров элемента памяти, таких как напряжения переключений и сопротивление элемента памяти в высокоомном и низкоомном состояниях. Предположительно, связано это с образованием нескольких проводящих филаментов, электрическая активность которых может меняться от цикла к циклу.

Наш подход к выяснению механизмов переключения в элементах резистивной памяти на основе оксида гафния и других оксидов металлов основан на контролируемом создании единственного и строго позиционированного в ячейке памяти проводящего филамента. Один из разработанных и апробированных способов заключается в локальном (на площади диаметром в несколько нанометров) образовании структурных дефектов, введенных с помощью электронного или ионного пучка в оксид металла или в оксид кремния (в случае двуслойной структуры).

Ниже приведены результаты моделирования распределения электрического поля и его величины в двуслойном диэлектрике (Рис. 1а) при локальном введении заряда в оксид кремния (Рис. 1б). Целью моделирования является оценка величин вносимого электронным пучком заряда, оптимальных для дальнейших исследований в рамках более широкого проекта, направленного на создание ячеек резистивной памяти со строго контролируемой формовкой единственного проводящего филамента с заданными характеристиками. Заряд, с одной стороны, должен обеспечить рост единственного проводящего филамента, а с другой стороны – не допустить пробоя и последующего разрушения ячейки. Для моделирования использовались средства среды MATLAB. В среде MATLAB задавались граничные условия: плотность вводимого заряда, внешнее напряжение и диэлектрическая проницаемость среды. Экспериментальные измерения вольт-фарадных характеристик структур на основе диоксида гафния представлены на Рис. 2. Смещение характеристики

относительно необлученных структур на -1 В указывает на внесение электронным пучком дополнительного положительного заряда.

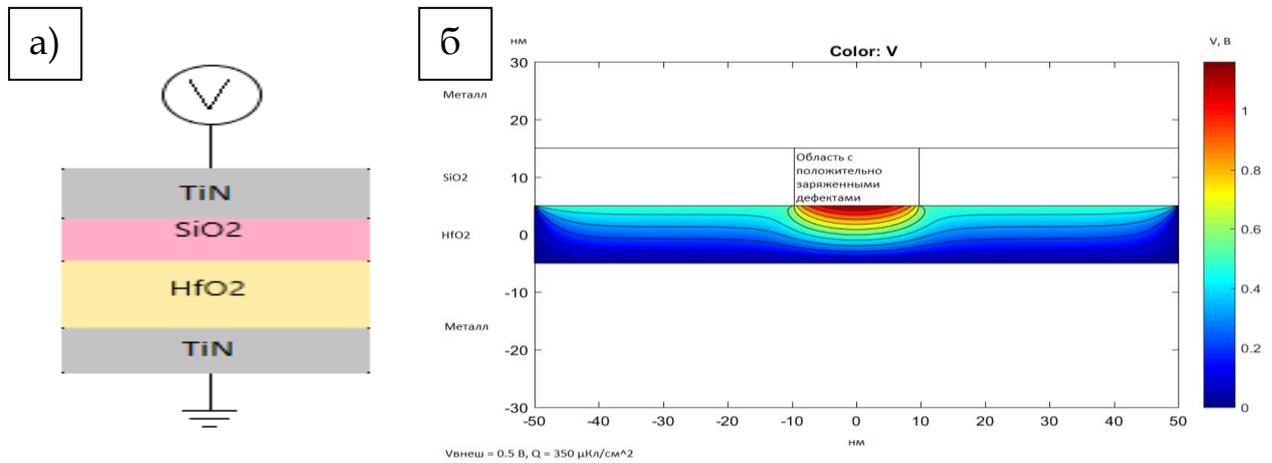


Рис. 1. а) схематическое изображение структуры; б) моделирование электрического поля

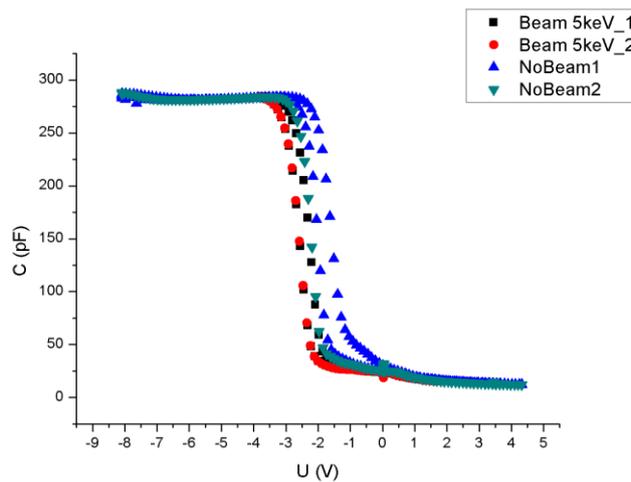


Рис. 2. Вольт-фарадная характеристика двуслойной структуры до и после облучения электронами

В ходе проведенной работы показана принципиальная возможность создания в ячейке резистивной памяти единственного прецизионно позиционированного проводящего филамента. Полученные результаты позволят существенно улучшить воспроизводимость результатов переключения для основных параметров элементов резистивной памяти, что в свою очередь, повысит возможность достижения надежных многоуровневых резистивных состояний.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ № 19-29-03035

Структурирование алюминия с помощью фокусированного ионного пучка для последующего формирования бездефектных пористых оксидных пленок на его поверхности

Росляков И.В.^{1,2}, Кушнир С.Е.², Саполетова Н.А.², Напольский К.С.²

¹Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова (ИОНХ РАН)

²Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова

e-mail: ilya.roslyakov@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.94.31.028

Анодное окисление алюминия в растворах кислых электролитов приводит к росту на поверхности металла пористых оксидных плёнок, в структуре которых присутствуют параллельные, однородные по размеру каналы, равноудаленные друг от друга. В узком диапазоне условий анодирования наблюдается самопроизвольное перестроение системы пор от исходного состояния, определяемого стохастическим зарождением пор на поверхности металла, с формированием гексагонально упорядоченного массива каналов. При этом образующиеся в процессе самоорганизации пористые оксидные пленки состоят из микронных областей с гексагональной упаковкой каналов. Создание бездефектных пористых структур анодного оксида алюминия (АОА) с дальним порядком возможно путем анодирования алюминия с предварительно сформированными периодическими углублениями, выступающими в качестве зародышей пор.

В ходе настоящей работы проведено структурирование поверхности алюминия в виде гексагонального массива углублений с помощью фокусированного пучка ионов галлия и последующее анодное окисление с целью создания бездефектных пористых сред с различным периодом структуры.

В качестве исходного материала выступали Al фольги с крупнокристаллической структурой (средний размер зерен $\sim 0,6$ мкм) и низкой шероховатостью поверхности в пределах 2 нм. Метод фокусированного ионного пучка (ФИП) реализован на базе двухлучевой станции NVision 40. Рабочее значение ускоряющего напряжения составляло 30 кВ, ток ионного пучка в диапазоне 80÷300 пА.

Для устранения негативного эффекта внедрения Ga в приповерхностный слой Al при структурировании методом ФИП предложена следующая методика получения малодефектного АОА: (1) формирование плотного оксидного слоя толщиной ~ 200 нм; (2) вытравливание методом ФИП гексагонального массива углублений с диаметром ~ 180 нм и глубиной ~ 200 нм; (3) повторное анодирование в аналогичных условиях; (4) селективное удаление оксидного слоя; (5) анодирование структурированной Al фольги в 0,1 М ортофосфорной кислоте при напряжении 195 В. В результате получены малодефектные пористые пленки АОА с периодом структуры 466 нм, диаметром каналов

~ 230 нм и толщиной ~ 30 мкм. Доля пор в гексагональном окружении составляет более 85%, мозаичность ~ 2° на площади ~ 750 мкм². Отметим, что пористые пленки АОА с периодом ~ 450 нм впервые получены с использованием в качестве основы массива зародышей, сформированного с помощью ФИП. Ранее данный метод не применялся для получения крупнопериодичных пористых структур.

Для получения малодефектного АОА с малым периодом структуры разработана следующая методика: (1) структурирование Al фольги методом ФИП в виде бездефектного массива с периодом ~ 120 нм и глубиной отверстий около 3 нм; (2) формирование плотного оксидного слоя толщиной ~ 40 нм; (3) селективное удаление оксидного слоя с формированием бездефектного массива полусферических углублений в поверхности Al; (4) повторение стадий (2) и (3) для полного удаления Ga; (5) анодирование структурированной Al фольги в 0,3 М щавелевой кислоте при напряжении 49 В. В результате получены малодефектные пористые пленки АОА с периодом структуры 118 нм, диаметром каналов 37 нм и толщиной ~ 30 мкм. Доля пор в гексагональном окружении составляет более 95%, мозаичность ~ 2° на площади ~ 500 мкм².

Таким образом, ФИП является прямым одностадийным подходом к формированию массива углублений в поверхности алюминия и пригоден для получения структур с периодом от 100 до 500 нм. Основным недостатком является загрязнение алюминия ионами галлия, что приводит к необходимости введения дополнительных стадий при последующем анодировании.

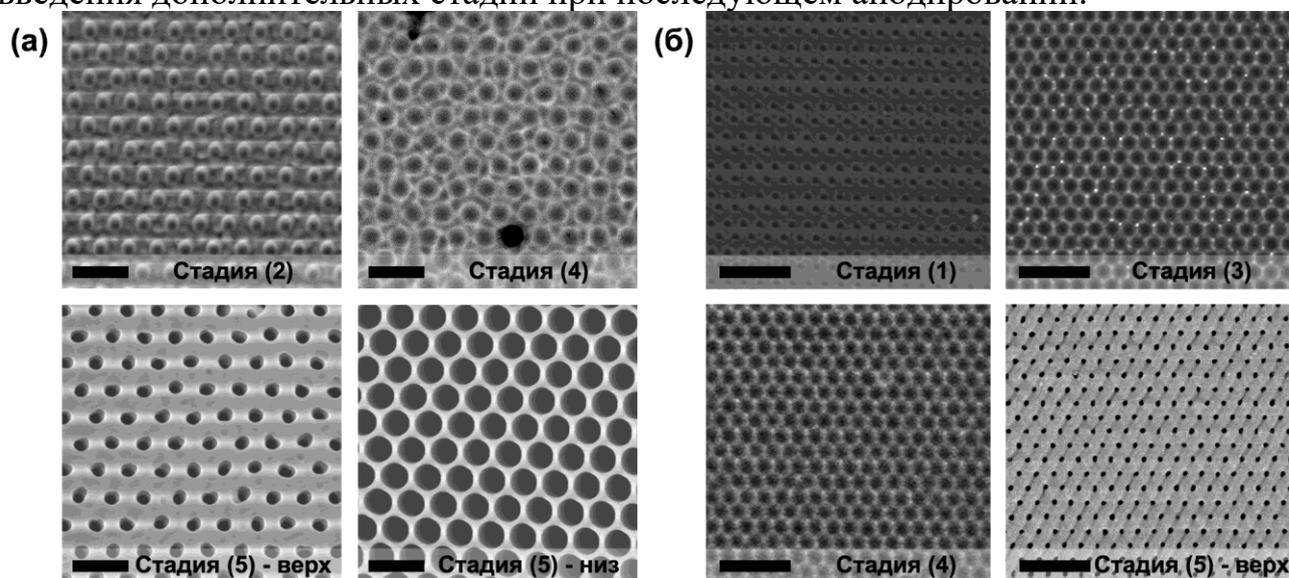


Рис. 1. Различные стадии формирования малодефектных пористых пленок анодного оксида алюминия с периодом ~ 450 нм (а, масштабная метка 1 мкм) и с периодом ~ 120 нм (б, масштабная метка 500 нм).

Данная работа поддержана Российским научным фондом (проект № 19-73-10176). Структурирование алюминия с помощью фокусированного ионного пучка выполнено на оборудовании ЦКП ФМИ ИОНХ РАН.

Сравнение критериев разупорядочения атомов кремния при ионной бомбардировке

Румянцев А.В., Приходько А.С., Боргардт Н.И.

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»
e-mail: lemi@miee.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.59.89.071

Воздействие ионными пучками на поверхность твердотельных образцов является одним из ключевых технологических процессов современной электроники и нанотехнологий. Наряду с внесением примеси в образец ионная имплантация сопровождается накоплением дефектов и образованием аморфизованного слоя. Характеризация атомного порядка вблизи границы между кристаллическим (a-Si) и аморфным (c-Si) материалом необходима для выявления особенностей изменения структуры кремния при ионной бомбардировке, а также для углубления представлений о взаимодействии ионов с твердым телом. В данной работе на основе расчетов методом молекулярной динамики (МД) получены атомные конфигурации c-Si после облучения ионами галлия Ga^+ . Проведено сравнение трех различных критериев для оценки атомного порядка в образце вдоль направления падения ионов.

Для моделирования ионной бомбардировки методом МД создавалась ячейка c-Si с ориентацией (001). Ионы Ga^+ с энергией 5 кэВ вводились в расчетную область на расстоянии 10 нм от поверхности образца вдоль направления $[00\bar{1}]$. Часть тестовой ячейки в ходе моделирования показана на Рис. 1а. Всего было имплантировано 7500 ионов, что соответствовало дозе $4.5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Для оценки повреждений, вносимых ускоренными ионами, использовались различные критерии, характеризующие локальное окружение выбранного атома. Первый из них был предложен в [1] и основывается на вычислении модуля $s_v(\vec{r}_i) = \left| \sum_j (\vec{r}_j - \vec{r}_i) \right|$ суммы векторов, направленных из данного атома, расположенного в точке \vec{r}_i , к его ближайшим соседям в точках \vec{r}_j . При использовании другого критерия в рассмотрение вводится тетраэдрический параметр порядка, определяемый на основе [2] как:

$$s_t = \frac{3}{8} \sum_{j=1}^3 \sum_{k=j+1}^4 \left(\cos \theta_{jk} + \frac{1}{3} \right)^2,$$

где суммирование выполняется по 4 ближайшим соседям выбранного атома. Перечисленные критерии, называемые ориентационными, являются универсальными, однако, так как рассматриваемый процесс связан с генерацией дефектов в совершенном кристалле, имеет смысл сопоставлять между собой положения атомов до и после ионного воздействия. Для этого в работе в качестве

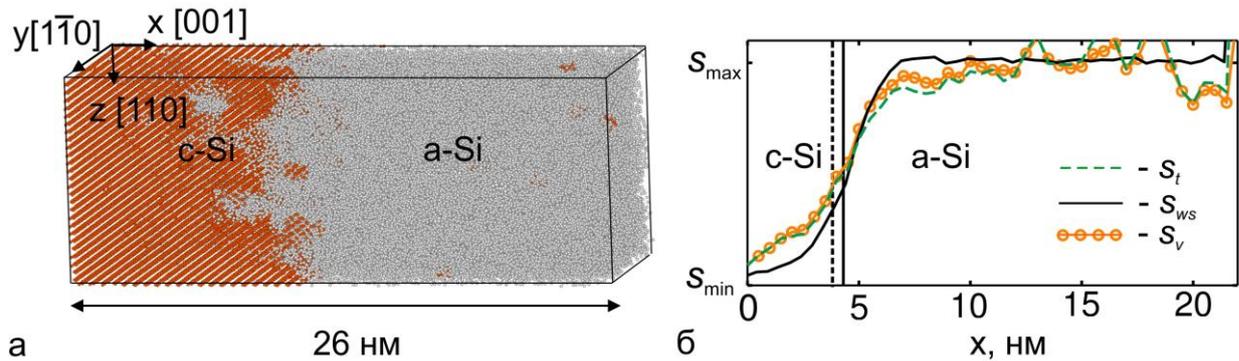


Рис. 1. Расчетная ячейка (а), графики используемых критериев разупорядочения (б). Пунктирной и сплошной вертикальными линиями показаны положения границы a-Si – c-Si для величин S_v , S_t и S_{ws} соответственно.

третьей меры разупорядочения предлагается использовать величину смещения атомов из равновесных положений. Для ее нахождения на решетке кремния до облучения строились ячейки Вигнера-Зейтца, на которые затем накладывались атомные позиции после ионной бомбардировки, и находилось расстояние $s_{ws}(\vec{r}_i)$ от каждого атома с координатой \vec{r}_i до центра соответствующей ячейки.

Графики зависимостей рассматриваемых критериев по глубине образца представлены на Рис. 1б. Для их получения расчетная ячейка разделялась на сегменты толщиной 5.43 \AA вдоль оси x . Величины s_v , s_t и s_{ws} затем усреднялись в пределах этих сегментов, и полученные профили нормировались для сравнения между собой. Из рисунка видно, что кривые s_v , s_t практически накладываются друг на друга, а график зависимости s_{ws} является более гладким в области однородного аморфного материала, что является одним из аргументов в пользу использования соответствующего критерия. Для количественной оценки ширины аморфизованной области найденные профили аппроксимировались функцией ошибок, точка перегиба которой определяла границу a-Si – c-Si. Толщина слоя a-Si составила 17.7 нм при использовании s_{ws} и 18.2 нм для s_v и s_t . Протяженность переходной области между a-Si и c-Si для s_{ws} примерно в 1.44 раза меньше, чем для ориентационных критериев, что лучше коррелирует с экспериментальными данными.

Таким образом, в работе на основе данных атомистического моделирования выполнена характеристика повреждений, вносимых в кремний при ионной бомбардировке. Показано, что хотя все рассмотренные критерии дают в целом схожие результаты, оптимальным для оценки атомного разупорядочения является использование величины смещений атомов из положения равновесия.

Список литературы:

- [1] M. Timonova, B. J. Thijsse, Comput. Mat. Sci., 50, 2380 (2011).
- [2] J. R. Errington, P. G. Debenedetti, Nature, 409, 318 (2001).

Определение энергии связи при моделировании распыления карбида кремния ионами галлия методом Монте-Карло

Подорожний О.В., Румянцев А.В., Боргардт Н.И.

*Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,
e-mail: lemi@miee.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.94.96.030

Фокусированный ионный пучок (ФИП) является важным инструментом в микро- и наноэлектронике. Для его эффективного применения необходимо изучать особенности распыления ускоренными ионами технологически значимых материалов, одним из которых является SiC [1]. Компьютерное моделирование при помощи программ, разработанных на основе метода Монте-Карло, позволяет выявлять целый ряд таких особенностей. Применение данного метода связано с корректным выбором модели поверхностной энергии связи, которая дает возможность получать реалистичные результаты моделирования процесса распыления. Так, одним из ключевых параметров, влияющих на точность расчетов, является матрица поверхностных энергий связи U . Она определяет энергию связи атомов сорта n как $U_n = \sum U_{nm} C_m$, где C_m – поверхностная концентрация атомов сорта m . Каждый элемент U_{nm} задает величину поверхностной энергии связи для химически чистого вещества при $m = n$, либо энергии связи для атома сорта n в окружении атомов сорта m в противном случае. Если при рассмотрении монокристаллического материала данная матрица имеет размерность 2×2 , то для бинарного соединения она увеличивается до 3×3 и подбор значений энергий связи существенно усложняется.

В настоящей работе для нахождения оптимальных величин энергий связи проводилось их варьирование в широком диапазоне значений. Энергии $U_{\text{Ga-Si}} = U_{\text{Si-Ga}}$ и $U_{\text{Ga-C}} = U_{\text{C-Ga}}$ при этом задавались равными нулю вследствие слабого взаимодействия соответствующих атомов, а $U_{\text{Ga-Ga}}$ выбиралась равной 2.8 эВ. Значения $U_{\text{Si-Si}}$, $U_{\text{C-C}}$ и $U_{\text{Si-C}} = U_{\text{C-Si}}$ изменялись в пределах от 0.5 до 9 эВ с шагом $\Delta U = 1$ эВ. Для каждого такого набора проводилось моделирование методом Монте-Карло в пакете SDTrimSP [2] с использованием следующих параметров: энергия ионов – 30 кэВ, доза – 10^{17} ионов/см², плотность аморфизованного SiC – $8.28 \cdot 10^{22}$, количество траекторий – 30000.

Полученные путем моделирования значения коэффициента распыления Y и пиковой концентрации галлия C_{Ga} сравнивались с экспериментальными данными: $Y_{\text{exp}} = 2.1$ [1] и $C_{\text{Ga exp}} = 25$ ат. % с помощью величины

$$R = (Y - Y_{\text{exp}})^2 / Y_{\text{exp}}^2 + (C - C_{\text{Ga exp}})^2 / C_{\text{Ga exp}}^2.$$

Минимуму R соответствует наилучшее совпадение результатов моделирования с экспериментальными данными. Такой подход позволяет получить

оптимальные значения энергий связи атомов в рамках выбранного метода моделирования.

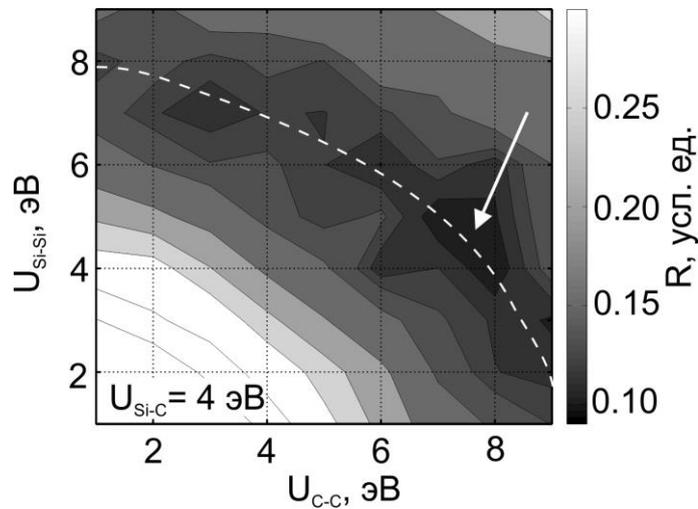


Рис. 1. Двумерная карта вариаций величины R в зависимости от энергий связи $U_{\text{Si-Si}}$ и $U_{\text{C-C}}$.

Для анализа полученных при моделировании данных в пакете Matlab были построены двумерные карты функции R , в зависимости от $U_{\text{Si-Si}}$ и $U_{\text{C-C}}$, а энергия $U_{\text{Si-C}} = U_{\text{C-Si}}$ выступала в качестве параметра, оптимальное значение которого равно $U_{\text{Si-C}} = 4$ эВ (Рис. 1). Из Рис. 1 видно, что при энергиях связи около $U_{\text{Si-Si}} = 4.5$ эВ и $U_{\text{C-C}} = 7.5$ эВ достигается минимум R , обозначенный стрелкой. Эти величины близки к надёжно установленным значениям для химически чистых элементов (4.7 эВ и 7 эВ соответственно). Коэффициент распыления при этом составляет $Y = 2.4$, а пиковая концентрация $C = 31$ ат. %. Величина $U_{\text{Si-C}}$ отличается от предложенного в [3] значения 6.7 эВ, что может объясняться влиянием имплантированного Ga на взаимодействие между Si и C. Стоит также отметить, что близкие к минимальному значения R достигаются в окрестности штриховой кривой, показанной на Рис. 1. Отсутствие полного совпадения, по-видимому, связано с ограничениями метода Монте-Карло, в котором учитываются только баллистические перемещения атомов.

Таким образом, в работе было выполнено варьирование величин поверхностных энергий связи при моделировании распыления карбида кремния ионами галлия. Установлено, что их оптимальные значения, обеспечивающие удовлетворительное согласие с экспериментальными данными, равны $U_{\text{Si-Si}} = 4.5$ эВ, $U_{\text{C-C}} = 7.5$ эВ, $U_{\text{Si-C}} = U_{\text{C-Si}} = 4$ эВ.

Список литературы:

- [1] S.K.P. Veerapandian et. al., Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, **365**, 44 (2015).
- [2] H. Hofsässs, K. Zhang, A. Mutzke, Appl. Surf. Sci. **310**, 134 (2014).
- [3] Y. Kudriavtsev, Appl. Surf. Sci. **239**, 273 (2005).

Сегнетоэлектрические домены в LiNbO_3 , формирующиеся в зоне пространственного заряда при электронных облучениях полярного Z среза

Коханчик Л.С., Емелин Е.В., Сироткин В.В., Свинцов А.А.

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН)
e-mail: mlk@iptm.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.86.77.031

В сочетании с определенным типом периодических доменных структур, приводящим к знакопеременной вариации спонтанной поляризации, сегнетоэлектрический кристалл ниобата лития (LiNbO_3) является наиболее используемым при изготовлении многих функциональных устройств, в том числе в интегральной геометрии. Наиболее успешно периодические доменные структуры в ниобате лития применяются для реализации эффективных нелинейно-оптических взаимодействий, таких как генерация второй гармоники и оптических параметрических осцилляций. Все эти применения требуют создания точных пространственных вариаций спонтанной поляризации.

Формирование периодических доменных структур путем систематических облучений поверхности электронным лучом - электронно-лучевая запись доменов (ЭЛЗД), является одним из методов доменной инженерии в LiNbO_3 и других сегнетоэлектрических материалах. Перспективность метода ЭЛЗД заключается в его управляемости и простоте, в достаточно высокой скорости формирования структур на больших участках поверхности. Как и формирование доменов в поле зонда атомно-силового микроскопа, ЭЛЗД позволяет создавать 1D и 2D структуры микронного и субмикронного масштаба.

Для наиболее успешного развития метода необходимо детальное понимание влияния особенностей распределения электрического поля, которое инициируется электронным облучением, на формирование доменных структур. В данном исследовании мы сопоставляем результаты моделирования распределения электрического поля, создаваемого при периодических локальных облучениях Z срезов ниобата лития, с экспериментально полученными результатами.

В эксперименте использовались Z срезы образцов LiNbO_3 выращенных из конгруэнтного (CLN) и стехиометрического (SLN) составов. Домены, возникающие при облучении $-Z$ поверхности, растут вглубь и могут достигать противоположной заземленной $+Z$ поверхности образца [1,2]. Толщина облучаемых полированных пластин была ~ 500 мкм. ЭЛЗД выполнялась в растровом электронном микроскопе (РЭМ)- JSM-840A, оборудованном комплексом управления ЭЛ – НаноМэйкер. При отдельных локальных облучениях ($S_{\text{irr}} = 1$ мкм²) формировались индивидуальные домены. Периодические доменные структуры формировались локальными облучениями,

выстроенными в линию с интервалом в 1 мкм. Период между линиями при такой схеме ЭЛЗД от структуры к структуре изменялся от 2 до 10 мкм. Экспериментальные результаты обрабатывались для условий: ускоряющее напряжение РЭМ $U=15$ кВ, ток $I=100$ пА, дозы $D=(Ixt)/S_{итт} = 100-1500$ мкК/см².

Для визуализации доменов и доменных структур использовался метод послойного химического травления образцов в кислоте HF. Инвертированные домены +Z ориентации не травятся и после удаления поверхностного -Z слоя, слоя легкого травления, возвышаются над поверхностью [3]. Исследования изменений доменного рельефа проводились в интерференционном оптическом микроскопе AxioPlan 2. В атомно-силовом микроскопе определялись латеральные размеры, и измерялась высота инвертированных участков относительно стравленной -Z поверхности. Длительность травления образцов в HF варьировалась от 15 до 120 мин. Максимальная толщина снятого поверхностного слоя достигала ~1.7 мкм.

При моделировании для расчета распределения внедренного заряда использовался метод Монте-Карло. Распределение электрического поля в облученных образцах определялось с помощью численного решения уравнения Пуассона. Моделирование показало, что максимальная толщина снятого при травлении слоя поверхности сопоставима с толщиной слоя, в котором формировалось облако пространственного заряда при ЭЛЗД. Кроме того, сравнение результатов моделирования с экспериментальными данными дало возможность сопоставить параметры формируемых в этом слое доменов с особенностями распределения электрического поля при разных схемах ЭЛЗД.

Выполненное исследование позволило получить новые результаты о глубине зарождающихся доменов относительно поверхности и о характере изменений их латеральных размеров в зависимости от распределения областей облучения ($S_{итт}$). Домены, в своей верхней части субмикронной ширины, постепенно расширяются с глубиной и затем сливаются друг с другом, образуя сплошную линию. Степень расширения доменов выстроенных в линию и их вытянутость вдоль линий на сопоставимых глубинах от поверхности в большей степени зависели от периода структуры и в меньшей от количества внедряемого заряда при ЭЛЗД. Обнаружены различия в формировании доменных линий для CLN и SLN образцов.

Данная работа была выполнена в рамках госзадания ИПТМ РАН № 075-00920-20-00

Список литературы:

- [1] J. He, S.H. Tang, Y.Q. Qin, P. Dong, H.Z. Zhang, C.H. Kang, W.X. Sun, and Z.X. Shen, *J. Appl. Phys.*, **93**, 9943 (2003).
- [2] L.S. Kokhanchik, M.N. Palatnikov and O.B. Shcherbina, *Phase.Trans.*, **84**, 797 (2010).
- [3] A. C. Muir, C. L. Sones, S. Mailis, R. W. Eason, T. Jungk, *Opt. Exp.*, **16**, 2336 (2008).

**Секция 8.
Электронная микроскопия в химии, геологии и
изучении предметов искусства**

Морфологические типы агрегатов в структуре синтетического малахита

Бубликова Т.М., Сеткова Т.В., Балицкий В.С., Некрасов А.Н.

Институт экспериментальной минералогии им. Д.С. Коржинского РАН, Черноголовка, Россия
tmb@iem.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.97.67.032

Минерал малахит – основной карбонат меди – $[\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2]$, один из известных и популярных поделочных камней. Разработанные способы синтеза малахита позволяют получать его синтетические аналоги разных текстурных разновидностей. Синтетический малахит был получен двумя методами: в открытой проточной и закрытой испарительно-рециркуляционной системах [1, 2]. Морфологию и внутреннее строение синтезированных образцов исследовали на поверхностях роста кристаллов, на сколах и полированных поверхностях с использованием растрового сканирующего микроскопа Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным спектрометром (ЭДС) INCA Energy 450.

Мелкоузорчатый малахит, полученный в открытой проточной системе, имеет зональное строение с чередованием слоев светло- и темно-зеленого цвета. Зоны светло-зеленого цвета минерала сложены сферолитами малахита 20 – 30 мкм, темно-зеленого – более крупными, от 300 до 400 мкм. Кристаллы, слагающие сферолиты, имеют длиннопризматический габитус, часто уплощенные, размеры кристаллов в поперечнике 1 – 2 мкм по длинной оси от 20 мкм до 200 мкм (рис. 1а).

В полосчатом малахите, полученном в испарительно-рециркуляционном кристаллизаторе, наблюдается чередование параллельно расположенных прямых или волнистых слоев, различающихся окраской: от светло- до темно-зеленой, почти черной. Толщина зон колеблется от десятых долей до 5 – 7 мм. Агрегаты, составляющие слои, параллельно-шестоватые (рис. 1б) и полигональные (рис. 1в). Размеры призматических кристаллов в параллельно-шестоватых агрегатах 2 – 3 мкм в поперечнике. Полигональные агрегаты малахита, состоящие из игольчатых кристаллов, существенно крупнее: от 40 до 50 мкм в поперечнике.

Одной из разновидностей полосчатого малахита является плисовый малахит с высокой плотностью упаковки кристаллов. Кристаллы, слагающие малахит, мелкие длиннопризматические, размеры их в поперечнике не превышают от 0.2 до 1.0 мкм (рис. 1г).

Более сложное строение имеет малахит комбинированной текстуры. Разнообразный рисунок в малахите создают участки, сложенные разными по форме и строению агрегатами. Более темные зоны малахита сложены более крупными агрегатами, чем светлые. Метод растровой электронной микроскопии позволил установить форму, размеры кристаллов, направление их роста в

малахите разных текстурных разновидностей и выявить общую закономерность присущую всем изученным типам малахита.

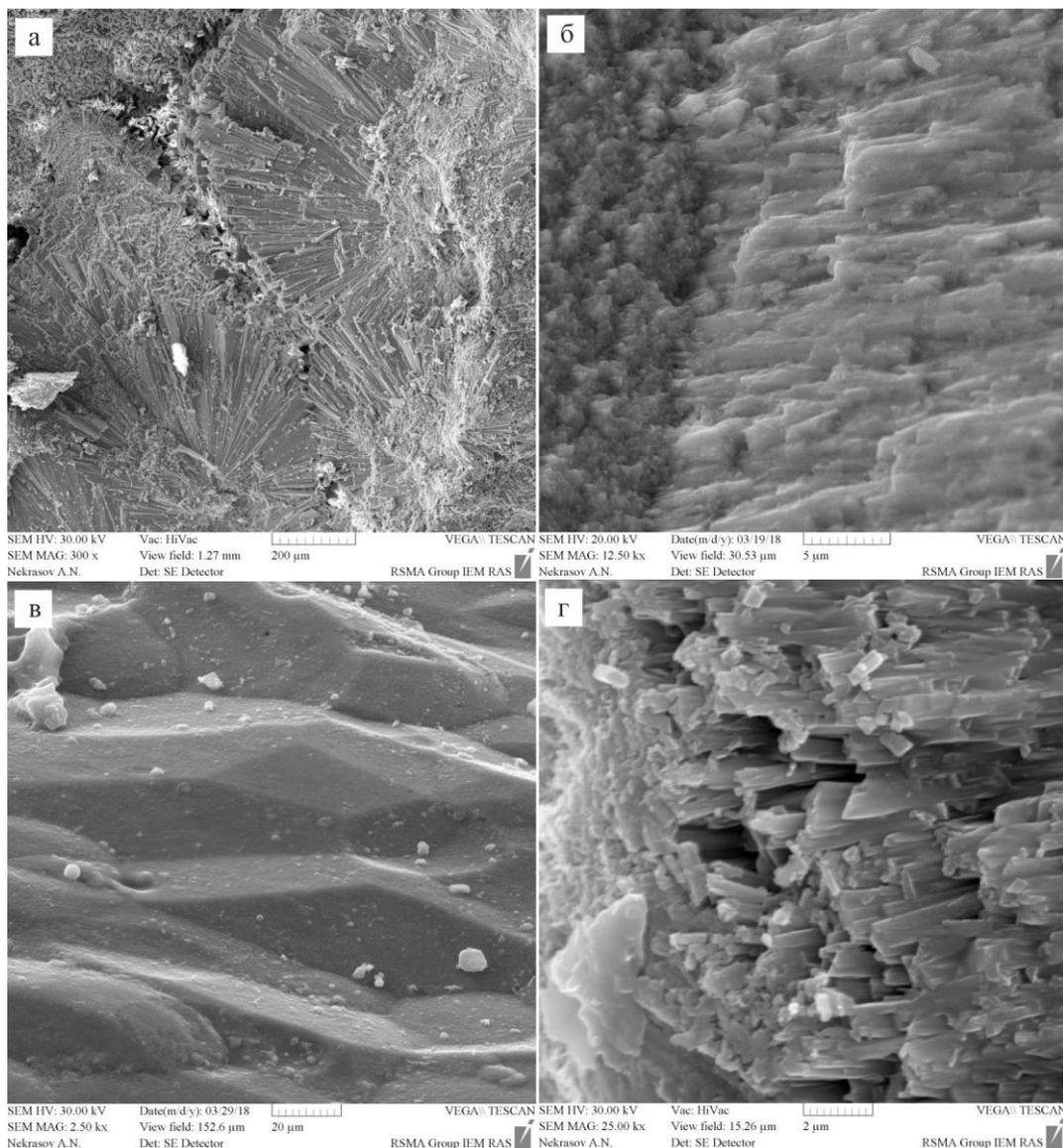


Рис.1. РЭМ изображения синтетического малахита: а – сферолиты мелкоузорчатого малахита; б, в – параллельно-шестоватые и полигональные агрегаты полосчатого малахита; г – кристаллы плисового малахита.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ тема №АААА-А18-118020590150-6

Список литературы:

- [1] И.В. Тимохина, В.С., Балицкий, А.А. Шапошников, Т.М. Бубликова, Г.Л. Ахметова, А.А. Дубовский, *ДАН СССР*, **270**, 1117 – 1119 (1983).
 [2] Т.М. Бубликова, В.С. Балицкий, Д.А. Ханин, А.Н. Некрасов, Т.В. Сеткова, *Вестник Московского университета. Серия 4: Геология*, **6**, 74–81 (2018).

Изучение биогибридных материалов на основе микроорганизмов, карбоната кальция и биополимеров методами растровой электронной микроскопии

Камышинский Р.А.^{1,2}, Комова А.В.¹, Мельникова А.А.¹, Руденко А.П.¹, Намсараев З.Б.¹

¹Научно-исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия

²ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва, Россия

e-mail: kamyshinsky.roman@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.22.96.033

Биогибридные материалы – композитные материалы, состоящие из различных биокomпонентов, таких как биомолекулы, клетки и ткани, а также синтетических полимеров, керамики, металлов и их оксидов [1]. В последние годы для получения биогибридных материалов стала использоваться способность микроорганизмов к образованию минералов карбоната кальция, например, для получения биоцемента, самовосстанавливающегося бетона и биокomпозитных материалов. Изучение природных биогибридных материалов (раковины беспозвоночных организмов и др.), состоящих из органических соединений и карбоната кальция, показывает, что по своей прочности они превосходят чистый карбонат кальция на 2-3 порядка [3]. Эти свойства объясняются высоким уровнем организации биокomпозита, эффективным расположением органической матрицы относительно минеральной фазы и иерархической организацией биокomпозита от нано- до макроуровня. Материалы подобного уровня организации пока не удается создать с использованием современных технологий, поэтому разработка подобных природоподобных технологий представляет значительный интерес [4,5].

Нами были проведены экспериментальные исследования по получению биогибридного материала заданной формы с использованием микроорганизмов, иммобилизованных в биополимерный матрикс. Для этого использовалась культура бактерии *Sporosarcina pasteurii* VKPM-11089, способная к разложению мочевины с использованием фермента уреазы. В форму вносилась культуральная среда для выращивания микроорганизмов, культура микроорганизмов, стерилизованный автоклавированием речной песок и различные виды биополимеров (альгинат или агар). После смешивания образец культивировался в оптимальных для роста штамма условиях среды, при которых происходило образование минералов карбоната кальция. В процессе роста и жизнедеятельности бактерий в результате реакции разложения мочевины образовывалась углекислота, реагирующая с находившимися в среде соединениями кальция, что приводило к образованию карбоната кальция вокруг клеток микроорганизмов.

Также были проведены экспериментальные исследования по получению биогибридного материала с использованием нитчатой зеленой водоросли *Cladophora*. Сначала был получен матрикс из нитей зеленой водоросли, к которому добавлялись бактерии *Sporosarcina pasteurii* VKPM-11089 и реактивы, необходимые для проведения реакции образования карбоната кальция.

После инкубирования морфология полученных образцов была исследована с помощью растрового электронно-ионного микроскопа Versa 3D (Thermo Fisher Scientific). Изображения были получены в режиме высокого вакуума с использованием детектора ETD, а также в режиме низкого вакуума с помощью высокочувствительного детектора вторичных электронов LVSED. В результате, было показано формирование карбоната кальция на поверхностях нитей водорослей, а также визуализированы клетки бактерий *Sporosarcina pasteurii*, инкрустированные минералами карбоната кальция.

Исследование искусственных биогибридных материалов является перспективным направлением исследований для понимания природных процессов образования биогибридных материалов.

Работа выполнена при поддержке НИЦ Курчатовский институт (Приказ № 1360 от 25.06.2019).

Список литературы:

- [1] Gao J., Maruyama A. Biohybrid Materials. In: Kobayashi S., Müllen K. (eds) *Encyclopedia of Polymeric Nanomaterials*, Springer, Berlin, Heidelberg (2014).
- [2] Намсараев З.Б., Мельникова А.А., Руденко А.П., Комова А.В. *Российские нанотехнологии*, Т. 15, № 1 (принята в печать, 2020).
- [3] Kamat S., Su X., Ballarini R., Heuer A.H. *Nature*, V. 405, P. 1036–1040 (2000).
- [4] Finnemore A., Cunha P., Shean T. et al. *Nature communications*, V. 3, № 1, P. 1-6 (2012).
- [5] Walsh P.J., Fee K., Clarke S.A. et al. *Marine drugs*, V. 16, № 8, P. 288 (2018).

Структурно-фазовый состав искусственных аналогов импактных расплавов по данным СЭМ

Сергиенко Е.С.¹, Янсон С.Ю.¹, Левицкий И.А.², Папко Л.Ф.², Овчинникова Н.С.¹,
Харитонский П.В.¹, Карпинский В.В.¹

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург

²УО «Белорусский государственный технологический университет», г. Минск

e-mail: e.sergienko@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.65.10.035

Основной целью проводимых нами исследований является создание и исследование искусственных аналогов стекол импактного происхождения с использованием горных пород различного генезиса и с применением различных режимов охлаждения расплава. В основе идеи лежит предположение, что эти модельные образцы могут воспроизводить наиболее характерные черты природных стекол в отношении их состава; размеров, морфологии и магнитных состояний железосодержащей фазы. Судя по литературным данным, эксперименты по моделированию плавления горных пород в применении к формированию железосодержащей фазы практически не проводились.

В качестве объектов-прототипов были выбраны импактные стекла астроблемы Жаманшин (Казахстан). Это одна из самых молодых (время события оценивается, по данным многочисленных определений возраста импактных стекол различными методами [1, 2] от 0,75 до 1,1 млн. лет) и хорошо сохранившихся астроблем. В кратере присутствует целый ряд импактных стекол – от «тектитоподобных» (микроиргизиты и иргизиты), до импактных расплавов, как массивных (тагамиты), так и бомб (жаманшиниты), а также зювитов [3, 4]. Их образование с геологической точки зрения происходило «мгновенно», но в то же время характеризовалось различными параметрами формирования. Быстро сменяющиеся фазы кратерообразования (сжатие, экскавация и модификация) и меняющиеся при этом окислительно-восстановительные условия позволили сформироваться в них железосодержащей магнитной компоненте – от включений ионов железа в стеклянной матрице до минеральных единиц субмикронных и микронных размеров [5].

Эксперименты по плавлению пород проводились на Кафедре технологии стекла и керамики Белорусского государственного технологического университета (БГТУ) в газовой пламенной печи при температуре ~1500°C. В качестве исходного материала использовались горные породы цокольного комплекса астроблемы Жаманшин (андезиты, глинистые породы, сланцы, кварцито-песчаники, пески) и базальты Ровенского месторождения (Украина). Базальты были выбраны в качестве реперных пород, плавление которых широко применяется в различных областях, для них хорошо известны параметры технологических процессов. Раздробленные на фрагменты менее 1 см³ исходные породы помещались в корундовые тигли, нагревались в печи до максимальной

температуры, при которой выдерживались около 2-3 часов. Общее количество расплава составляло порядка 100 мл для каждой пробы. После извлечения из печи расплав немедленно разделялся на порции, каждая из которых остывала в различных условиях: грануляция резким охлаждением в воду (скорость остывания ~ 1 с), застывание на стальной плите (скорость остывания $\sim 10^2$ с), остывание в тигле (скорость остывания $\sim 10^3$ с), остывание в печи (скорость остывания $\sim 10^6$ с).

Для исследования структурно-фазового состава образцов применялись следующие методы и оборудование.

- Оптическая микроскопия. Стереомикроскоп Leica M205 C (Leica, Германия)
- Электронная микроскопия. Электронный сканирующий микроскоп Quanta 200 3D (FEI, Нидерланды) с аналитическим комплексом Pegasus 4000 (EDAX, USA) в режиме отраженных и вторичных электронов
- Электронно-зондовый микроанализ. Энергодисперсионный дифрактометр указанного микроскопа в условиях высокого вакуума при ускоряющем напряжении 20 кВ.
- Рентгенофазовый анализ. Автоматический порошковый дифрактометр D2 Phaser (Bruker, Германия).

Отмечается зависимость структурно-фазового состава полученных стекол от состава исходных горных пород, а также скорости и условий остывания расплава. Результаты исследования дадут важную информацию для моделирования импактного события Жаманшин и понимания механизмов формирования магнитных частиц для создания новых материалов на основе стекла и керамики.

Благодарности. Работы выполнены с использованием оборудования ресурсных центров Научного парка СПбГУ: «Нанотехнологии»; Ресурсный центр микроскопии и микроанализа; «Рентгенодифракционные методы исследования».

Список литературы:

- [1] К. Matsubara, J. Matsuda, C. Koeberl, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **55**, 2951-2955 (1991).
- [2] Е. Kolesnikov, L. Glazovskaya, *Petrologiya*, **2(6)**, 653-657 (1994).
- [3] П.В. Флоренский, *Метеоритный кратер Жаманшин*, Наука, Москва, 125 (1980).
- [4] А.Н. Данилин, В.Л. Масайтис, М.С. Мащак, *Геология астроблем*, Недра, Ленинград, 232 (1980).
- [5] Е.С. Сергиенко и др., *Известия РАН. Серия Физическая*, **83(11)**, 1446-1454 (2019).

Применение сканирующей электронной микроскопии в изучении руд месторождения Айнское (о. Уруп)

Кудаева Ш.С., Плутахина Е.Ю.

*Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН
e-mail:kudaeva.sharapat@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.33.77.036

Остров Уруп площадью около 1420 км² расположен в южной части Большой гряды Курильских островов. Остров представляет собой плато высотой до 200 м с возвышающимися над ним хребтами Криштофовича, Петра Шмидта, Шокальского, Компанейского и отдельных групп вулканов. На южной оконечности острова мысе Ван-дер-Линд находится золоторудное коренное месторождение Айнское [1].

Месторождение Айнское локализовано в северо-западной части Тетяевского рудного поля. В геологическом строении площади принимают участие осадочные и вулканогенно-осадочные отложения верхнемиоцен-нижнеплиоценового возраста [2].

Месторождение представляет собой массив вторичных кварцитов, в которых наблюдаются реликтовые структуры риолитов, туфопесчаников, туфоалевролитов и туфоконглобрекчий. Оно расположено в узле пересечения серии субпараллельных тектонических нарушений северо-западного и северо-восточного направлений [2]. С 2013 года ООО «КУРИЛГЕО» на месторождении ведется отработка карьерным способом.

В августе 2019 г. авторы приняли участие в комплексной экспедиции Русского географического общества и Экспедиционного центра Министерства обороны Российской Федерации под названием "Восточный бастион – Курильская гряда". Были проведены полевые исследования на месторождении с минералого-геохимическим опробованием жильных зон.

Минеральный состав определялся современными методами физико-химического анализа: сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) Tescan Vega3 с энергетическим спектрометром Oxford Instruments X-Max 80 mm². Основные жильные минералы – кварц (SiO₂), глинистые, алуниит (KAl₃(SO₄)₂(OH)₆), самородная сера, барит (BaSO₄), рутил (TiO₂). Главные рудные минералы – пирит (FeS₂), халькопирит (CuFeS₂), пирротин (Fe_nS_{n+1}), сфалерит (ZnS), галенит (PbS, рис. 1). Наиболее распространенный минерал – пирит. Он встречается в виде как самостоятельных кристаллов размером до 200-300 мкм, так и в виде включений в других минералах. В единичных зернах установлена примесь As (до 3 вес. %). Остальные рудные минералы не образуют крупных самостоятельных обособлений и чаще присутствуют в виде включений в пирите с размерами до 50 мкм. Применение СЭМ позволило обнаружить такие

новые для месторождения минералы как: ковеллин (CuS), антимонит (Sb_2S_3), сульфосоли меди (теннантит $\text{Cu}_{12}\text{As}_4\text{S}_{13}$, энаргит Cu_3AsS_4 ?).

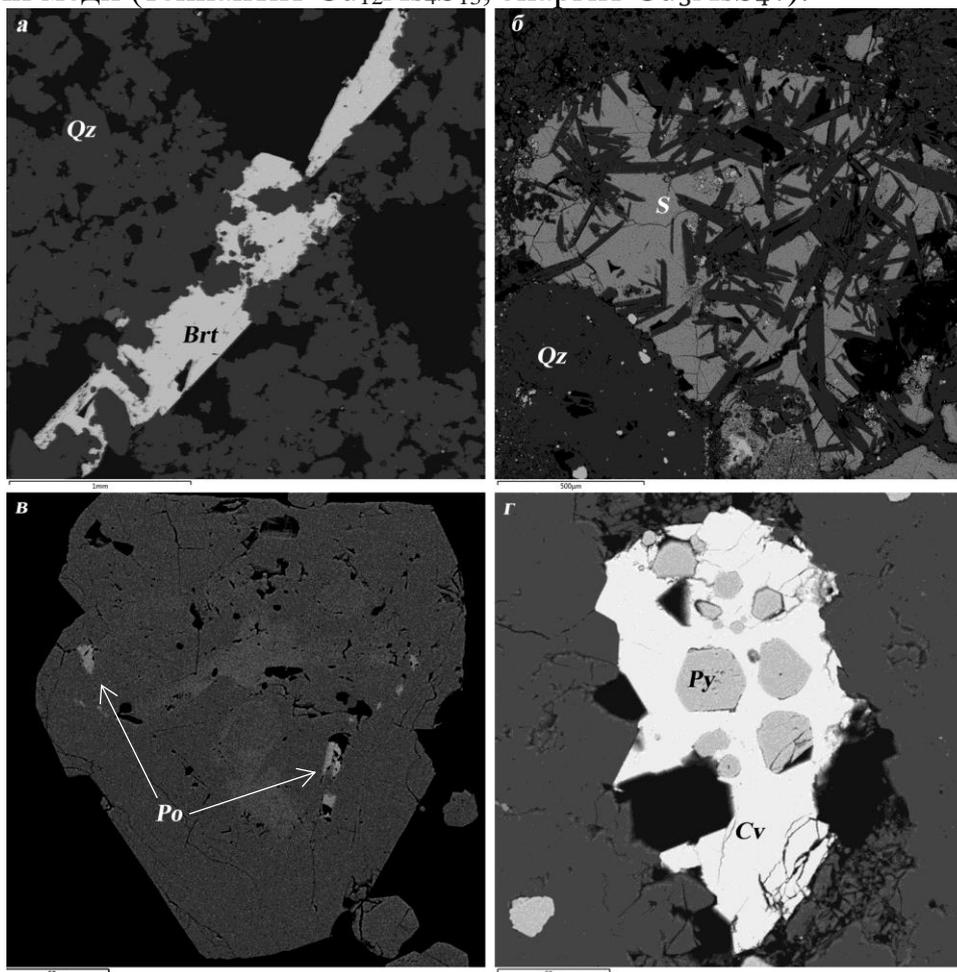


Рис.1. “Минералы руд Айнского месторождения: а – кристалл барита (Brt) в кварцевой (Qz) массе; б – шестоватые кристаллы алуниита в самородной сере (S); в – кристалл пирита зональный по мышьяку с включениями пирротина (Po); г – кристаллы пирита (Py) в ковеллине (Cv)”

Авторы выражают благодарность руководству и геологам ООО «КУРИЛГЕО» за возможность работы и отбора образцов на месторождении; сотрудникам лаборатории вулканогенного рудообразования Куликову В.В., Платонову А.А. за помощь в пробоподготовке каменного материала и Философовой Т.М. за помощь в обработке полученных данных.

Список литературы:

- [1] Г.Ф. Складорова Геолого-экономическая обстановка золоторудного месторождения Айнское на о. Уруп Сахалинской области, *Недропользование XXI век*, №6, с. 198-203 (2018).
- [2] С.С. Филипова, И.А. Гвоздева Особенности геологического строения и предполагаемый генезис месторождения «Айнское» Урупского рудного района (о. Уруп, южные Курилы), *X Международная конференция «Новые идеи в науках о Земле»*, 12—15 апреля, Москва, Россия, Т. 1., с. 238-239 (2011).

Причина голубой окраски импактных стёкол кратера Жаманшин

Горностаева Т.А., Мохов А.В., Рыбчук А.П.

ИГЕМ РАН, Москва, tagorn8@igem.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.14.037

Кратер Жаманшин расположен в Казахстане приблизительно в 200 км к северу от Аральского моря ($N = 48^{\circ}24'$, $E = 60^{\circ}58'$). В кратере были найдены как импактные стёкла (жаманшиниты), так и тектитоподобные (иргизиты) [1]. Одними из самых необычных среди жаманшинитов являются голубые (коричневые в проходящем свете), привлёкшие внимание исследователей благодаря своей окраске.

Исследования проводились с помощью просвечивающей аналитической электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100 + IETEM INCA-250. Препараты готовились методом суспензий с финишным размельчением в ультразвуковом диспергаторе.

При ПЭМ изучении образцов голубых жаманшинитов нами были обнаружены сферические выделения ангидрита размером до 200 нм (рис. 1) заключённые в матрице стекла. Их монокристаллический характер подтвердили картины микродифракции (рис. 1). Также в препаратах голубых жаманшинитов были найдены морфологически схожие частицы, в ЭДС-спектре которых значимо присутствуют только пики С, О и Са. В последнем случае не удалось получить микродифракционные картины, позволяющие провести однозначную идентификацию этой фазы – на них наблюдались лишь одиночные рефлексы. Предположительно это один из полиморфов CaCO_3 .

Были различные гипотезы, объясняющие столь необычную окраску жаманшинитов. Этот цвет, по мнению Флоренского и Дикова [2], связан с присутствием титана и хрома в их восстановленных формах Ti^{3+} и Cr^{2+} . Тогда как авторы [3] считали, что эта окраска обусловлена рассеянием света на микро-глобулах в стекле. Ими при ПЭМ изучении голубых жаманшинитов были обнаружены сферические включения ~100 нм обогащённые Са-Fe-Mg-P по сравнению с составом стекла. Однако никаких сведений о строении этих включений авторы не приводили.

Что касается механизма образования сферических включений в голубых жаманшинитах, то здесь мы поддерживаем версию большинства исследователей о микроликвации, которая является следствием жидкостной несовместимости в импактном расплаве [3; 4]. Обнаруженные нами сферические включения в голубых жаманшинитах, а также включения, зафиксированные другими исследователями, имели размер от 100 до 200 нм, при этом состав этих включений был различен. Эти включения создают физические условия,

соответствующие Рэлеевскому рассеянию света, и придают синий цвет в нашем случае жаманшину.

Состав сфероидов, видимо, не имеет большого значения для рассеяния света, так как сфероиды внутри голубых жаманшинита имеют различный состав. В тоже время размер и структурные характеристики сфер в стеклянной матрице, вероятно, имеют решающее значение для придания стеклу насыщенного оттенка (Kawamura et al., 2017).

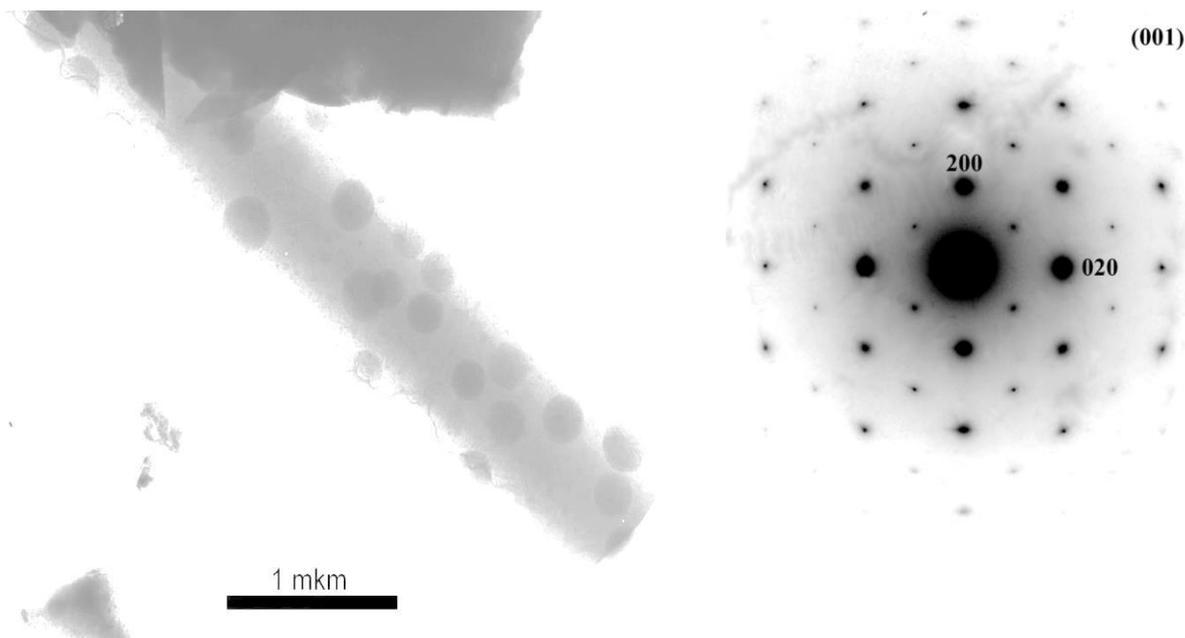


Рис.1. Сферические образования ангидрита (CaSO_4) в коричневом стекле (слева), микродифракционная картина от этих включений (справа). Жаманшинит. ПЭМ.

Работа выполнена в рамках темы № 0136-2019-0010 «Исследования состава и структуры минерального вещества высоколокальными методами».

Список литературы:

- [1]. П.В. Флоренский, А.И. Дабижа, *Метеоритный кратер Жаманшин*. Наука, Москва (1980).
- [2] П.В.Флоренский, Ю.П. Диков, *Геохимия*, **6**, 809-819 (1981).
- [3] M.E.Zolensky, C. Koeberl, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **55(5)**, 1483-1486 (1991).
- [4] L.V. Sazonova, N.N. Korotaeva , *22nd Lunar and Planet. Sci. Conf.*, March 18-22, Houston (Tex.), 1173-1174 (1991).
- [5] A. Kawamura et al., *Langmuir*, **33 (15)**, 3824–3830 (2017).

Выявление признаков обжига пигментов из культурного слоя зала Знаков Каповой пещеры с использованием просвечивающей электронной микроскопии

Пахунов А.С.¹, Овчаров А.В.², Светогоров Р.Д.², Шушунов М.Н.², Сенин Р.А.²

¹Институт археологии Российской академии наук, Москва, Россия

²Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия
e-mail: science@pakhunov.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.49.24.038

В Каповой пещере (Шульган-Таш) расположена на Южном Урале в республике Башкортостан. В 1959 году в ней обнаружены уникальные для России рисунки верхнепалеолитического времени, выполненные красками разных оттенков красного. Также в культурном слое были обнаружены многочисленные скопления красочной массы и «карандаши охры» - ограниченные кусочки минералов со следами от трения, цвет которых соответствует цвету красок некоторых рисунков. Красный цвет всех красок обусловлен присутствием гематита. Было показано, что в образцах красочных масс и «карандашей» из культурного слоя основными компонентами являются гематит, кварц, каолинит, мусковит, иллит и кальцит в разных соотношениях. Кальцит присутствует только в образцах, продолжительное время экспонировавшихся на поверхности культурного слоя и смачивающихся водой. Различия в оттенках пигментов прежде всего связаны с разными источниками сырья, а также возможной тепловой обработкой.

Анализ образцов пигментов из культурного слоя зала Знаков в Каповой пещере (рис. 1) проводился с применением методов просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии (ПЭМ и СЭМ соответственно), термических методов анализа и порошковой рентгеновской дифракции на источнике синхротронного излучения. Изучение микроструктуры кристаллов железосодержащих минералов позволило выявить признаки, характерные для низкотемпературной обработки гётита: на начальном этапе фазового перехода происходит образование щелевидных пор (рис. 2 б) вдоль направления $G(100)/H(001)$. Было зафиксировано одновременное присутствие в образцах гётита и гематита при съемке электронограмм, что дополнило результаты фазового анализа.

Образцы пигментов со сферическими частицами подвергались непродолжительному низкотемпературному воздействию, что привело к частичному фазовому переходу гётита в гематит. Такого рода нагрев мог произойти случайно, поскольку образцы были обнаружены вблизи очага, однако нельзя исключать и целенаправленный обжиг с целью получения пигмента

определенного оттенка. Большинство образцов являются «карандашами», которые использовались для получения порошкообразного пигмента посредством их истирания и последующего приготовления краски. Они имеют красно-желтый цвет, что хорошо согласуется с полученными данными об одновременном присутствии в их составе гётита и гематита, что было установлено по данным просвечивающей электронной микроскопии и порошковой рентгеновской дифракции.



Рис.1. Образцы охры разных оттенков из культурного слоя зала Знаков, раскопки В.Е. Щелинского. Масштаб 2 мм.

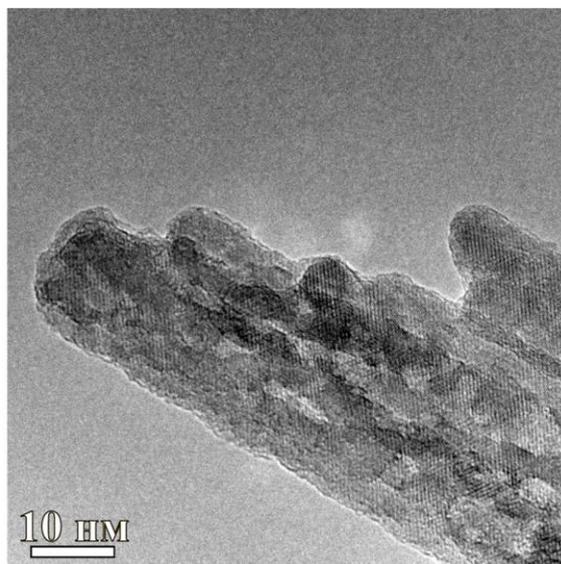
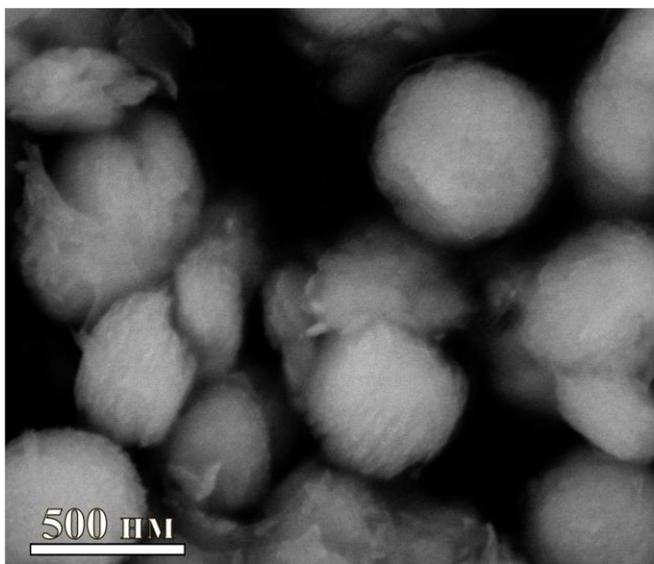


Рис.2. СЭМ изображение сферических частиц пигмента в одном из исследуемых образцов (слева); ПЭМ изображение частиц гематита с порами (справа)

Данная работа была поддержана РФФИ, проект ОФИ-М №17-29-04172.

Цветовая палитра зала Хаоса Каповой пещеры по результатам инструментальных исследований пигментов

Пахунов А.С.¹, Варламов Д.А.², Ксенофонтов Д.А.³

¹Институт археологии Российской академии наук, Москва, Россия

²Институт экспериментальной минералогии, Черноголовка, Россия

³Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
e-mail: science@pakhunov.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.91.24.039

В Каповой пещере (Шульган-Таш, расположена в республике Башкортостан) пигменты встречаются не только на стенах в четырех залах, но также в культурных слоях в этих залах и в переходе между ярусами. Визуальное сравнение позволяет предположить, что обнаруженные на полу пещеры пигменты могли использоваться и для выполнения рисунков.

В зале Хаоса изображения выполнены красными красками четырех различных оттенков. Половина зала сформирована разноразмерными камнями в результате обвала потолка. В последние годы между камнями были обнаружены многочисленные скопления пигмента.

Для анализа минерально-фазового состава пигментов (16 образцов) использованы методы сканирующей (а также просвечивающей) электронной микроскопии с сопутствующим количественным EDS анализом (изучение микроморфологии частиц и их вещественного состава – выполнены на СЭМ Tescan VEGA TS 5130MM и VEGA-II XMU, ИЭМ РАН, Черноголовка и JEOL JMS 6460 LV, IRAMAT-CRP2A, Бордо) и порошковой рентгеновской дифракции (определение фазового состава – STOE STADI MP, МГУ, Москва).

Большинство пигментов (7 образцов) имеют ежевичный оттенок и содержат крупнокристаллический гематит Fe_2O_3 в форме спекулярита (рис. 1а). Технология обработки спекулярит-содержащего сырья заключалась в измельчении пигмента и смешивании его с глиной (4 образца), аналогичного скоплению, обнаруженному в 2014 году [Пахунов и Житенев, 2015] (рис. 1б). Такого рода пигмент использовался для выполнения изображений в зале Хаоса, а также одного изображения в зале Купольный.

Пигмент светло-красного оттенка (4 образца) встречается на т.н. «палитре» [Котов и др., 2005], а также на ряде небольших камней. Важно отметить, что если спекулярит в скоплениях находится в виде однородного необработанного или частично измельченного минерала, то светло-красный пигмент представляет собой смесь, которая содержит как немодифицированный пластинчатый гематит,

так и гематит, полученный посредством обжига, аналогичный пигменту из культурного слоя зала Знаков (рис. 1в) [Пахунов и др., 2021].

Данные рентгеновской дифракции позволили установить фазовый состав образцов. 7 проанализированных образцов содержат более 90% гематита, что показывает их природное происхождение – для приготовления краски использовался минерал, а не красная охра. В пяти образцах содержится значительное количество кварца и кальцита, однако морфология частиц гематита в них такая же, что и в первой группе – данные образцы были получены путем измельчения минерала. Третья группа, связанная с «палитрой», отличается значительным содержанием филлосиликатов. К четвертой группе относятся содержащие гётит образцы.

Пигменты первых двух групп использовались для выполнения изображений, тогда как веретенообразные частицы в образцах с рисунков не встречались. Вероятно, они использовались в других целях.

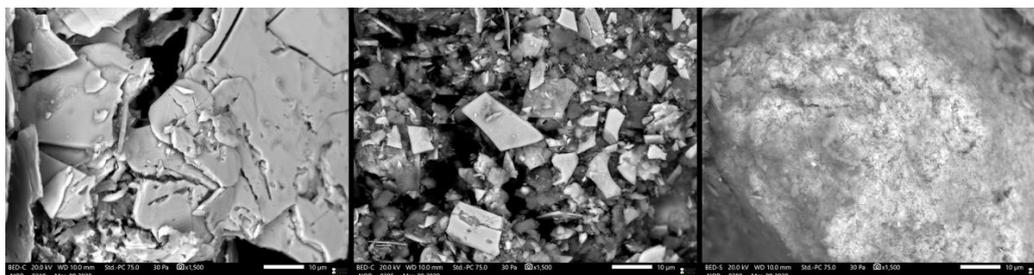


Рис. 1. СЭМ-изображения частиц гематита, масштаб 10 мкм: а) крупные пластинчатые в образце K18-2 б) измельченные пластинчатые в образце K18-23, в) веретенообразные в образце K18-28.

Данная работа была поддержана РФФИ, проект №18-49-020014

[1] А.С. Пахунов, В.С. Житенев, *Stratum plus. Археология и культурная антропология*, 1, 125–135 (2015).

[2] В.Г. Котов, Ю.С. Ляхницкий, Ю.Ю. Пиотровский, *Уфимский археологический вестник*, 5, 65–71 (2004).

[3] А.С. Пахунов, Р.Д. Светогоров, А.В. Овчаров, М.Н. Шушунов, Р.А. Сенин, *Российская археология*, 1, 2021 (в печати).

Способ коррекции ЭДС-анализа силикатной тонкой плёнки на массивной подложке в СЭМ

Мохов А.В., Горностаева Т.А., Рыбчук А.П.

ИГЕМ РАН, Москва. avm8okhov@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.43.50.040

При геохимических моделирующих экспериментах по испарению силикатных пород для фиксации конденсированного плёночного материала обычно используются медные пластины-подложки. Получаемые плёночные конденсаты представлены тонкими стеклянными покрытиями также силикатного состава, в котором основными элементами помимо кремния, как правило, оказываются Mg, Al, Fe и, реже, Ca.

Изучение таких покрытий (рис. 1) с помощью аналитической электронной микроскопии весьма информативно и оптимально по затраченным усилиям. Однако возникают проблемы с адекватностью количественного анализа. Дело в том, что в ЭДС-спектрах, полученных от таких покрытий постоянно фиксировались пики K- и L-серий меди. Наличие пиков от материала подстилающих пластин свидетельствовало о том, что толщина стеклянного покрытия оказалась незначительной, и падающий электронный пучок не полностью поглощался плёнкой, достигая подложки. Таким образом, критерий применимости анализа массивного тела не выдерживался, а метод анализа тонкой плёнки на массивной подложке в программном обеспечении спектрометра не реализован. Следовательно, полученные значения содержаний элементов напрямую использовать нельзя.

Чтобы учесть такую погрешность анализа был предложен следующий метод. В спектрах, полученных от плёночного покрытия, выделялись два основных пика, в нашем случае это были пики магния и кремния. Но возможен выбор и пары других элементов из основных. В соответствии с выбранными элементами в качестве эталона сравнения подбирался слоистый силикат, в нашем случае – флогопит. На массивную медную подложку были приклеены его частицы – одна заведомо массивная, а другие с различной толщиной отщеплённых листочков. Для всех были получены ЭДС-спектры и зафиксирована интенсивность L-пика меди. Этот пик был выбран из-за того, что он плохо возбуждается флюоресцентно, в основном только прямым возбуждением. Для эталона сравнения выбиралась та же пара элементов с высокими содержаниями. Для плёночного покрытия рассчитывалось отношение их содержаний – $Elem1/Elem2$. Для эталона сравнения выбирались измерения на массивной частице и листочке, где интенсивность L-пика меди наиболее точно совпадала с его интенсивностью на стеклянном плёночном покрытии. Для них также рассчитывалось отношение между этими же элементами $Elem1_{mac}/Elem2_{mac}$ на массивном эталоне и $Elem1_{тонк}/Elem2_{тонк}$ на тонких листочках. Из

соотношения значений $Elem1_{мас}/Elem2_{мас}$ и $Elem1_{тонк}/Elem2_{тонк}$ и получался поправочный коэффициент Kn на который и пересчитывались первичные анализы плёночных конденсатов. Естественно, все пересчёты выполнялись для спектров в условии нормировки и за вычетом меди.

В нашем конкретном случае работа выполнялась методами аналитической электронной микроскопии на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) JSM-5610. В качестве аналитического блока использовался энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) Oxford AZtec. Были исследованы три медные пластины с конденсированным на них материалом. Характер покрытия конденсатом на всех пластинах одинаков – близкое к окружности плёночное покрытие диаметром 1-2 мм. Для оценки изменения состава и потерь при испарении мы использовали отношение Mg/Si . Теоретическое стехиометрическое значение этого отношения равно 1. По результатам предварительного анализа матрицы перед испарительным экспериментом реальная величина этого отношения равнялась 1.04. Результаты анализов покрывающих стеклянных плёнок на всех трёх медных пластин были сгруппированы по толщине на основании интенсивности L-пика меди в выборки по каждой из пластин соответственно из 35, 27 и 33 анализов. Исходя из близкого совпадения интенсивностей L-пиков меди между измеряемой плёнкой и эталонами сравнения были выбраны соответствующие Kn для каждой из пластин.

В результате коррекции первичных анализов были получены отношения Mg/Si для покрывающих стеклянных плёнок для каждой из пластин: 0.86, 0.84 и 0.87. Эти результаты подтвердили теоретические предположения о неравновесной массопотере при испарении-конденсации.

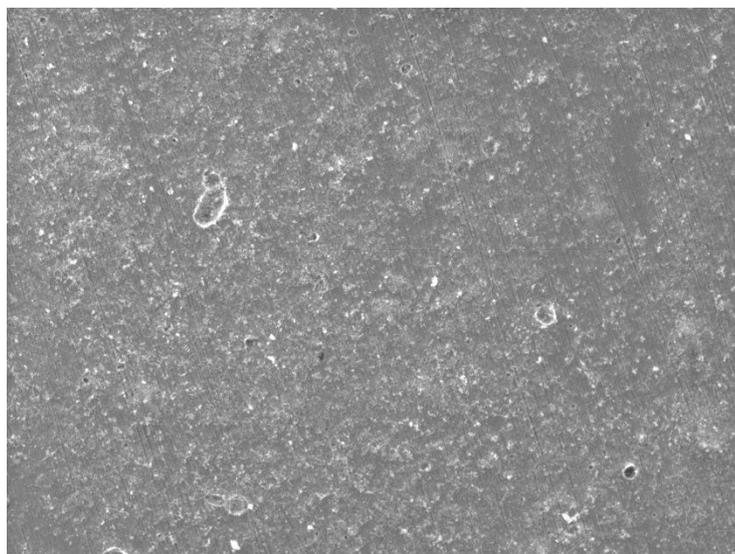


Рис.1. Тонкая конденсированная силикатная плёнка на медной массивной подложке

Работа выполнена в рамках темы № 0136-2019-0010 «Исследования состава и структуры минерального вещества высоколокальными методами».

Моносulfид ртути на Луне

Рыбчук А.П., Мохов А.В., Горностаева Т.А., Карташов П.М.

ИГЕМ РАН, Москва, alexryb@igem.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.58.64.041

В образцах миссии «Аполлон-17» на сканирующем электронном микроскопе JSM-5610LV (Япония), оснащённом рентгеновским энергодисперсионным спектрометром (ЭДС) INCA-450 в отражённых электронах была найдена частичка, отличающаяся от общей массы реголита, представленного в основном силикатными и стеклянными частицами (рис.1). Кроме того размер частицы не превышал нескольких микрон, что характерно для большинства обнаруженных самородных фаз в пробах лунного реголита [1]. В режиме вторичных электронов на поверхности обнаруженной частицы хорошо видна стеклянная плёнка (рис.1), образованная, видимо, в результате импактного процесса, что подтверждает лунное ее происхождение. В энергодисперсионном спектре от обнаруженной частички, кроме пиков кислорода и кремния, в качестве основных зафиксированы пики серы и ртути. Пики же кремния и кислорода регистрируются в этом спектре, как от матрицы, так и от покрывающей весь этот агрегат плёнки. Полуколичественный пересчёт этого спектра, выполненный по методике [2] с вращением относительно детектора и за вычетом углерода и силикатной составляющей, показал атомное соотношение Hg/S как 3.2/3.4, что, с учётом неправильной формы частицы, отвечает формуле одного из трёх полиморфов HgS — кубического метациннабарита, гексагонального гиперциннабарита или тригональной киновари.

Определение в лунном реголите ртути атомно-флуоресцентным методом показало возрастание её содержания с глубиной: от $6 \cdot 10^{-6}$ до $9 \cdot 10^{-6}$ мас.% (на глубине около 30 см) [3]. Такое повышенное содержание ртути в поверхностных слоях связано с её десорбцией с поверхности Луны во время лунного дня, когда температура достигает $+150^{\circ}\text{C}$, а также диффузией в более глубокие слои и отложении в слоях, не подверженных колебаниям суточной температуры. Согласно экспериментальным данным [3] в условиях имитирующих лунный день при температурах $130-150^{\circ}\text{C}$ из лунного реголита испаряется до 15-20% свободной Hg. Беляевым и Ковешниковой [3] была выдвинута гипотеза о существовании меридионального «ртутного ветра» между экваториальными и полярными теневыми зонами. Он вызван разницей температур поверхности в диапазоне от $+150^{\circ}\text{C}$ до -150°C , что приводит к преимущественному испарению ртути на экваторе и её переносу к полюсам с последующей конденсацией.

«Ртутный ветер», по мнению авторов [4], мог также возникать и в результате переноса паров ртути из горячей лавы при вулканической

деятельности на Луне и дальнейшей её конденсации на поверхности континентального реголита. В результате вулканической деятельности вместе с Hg так же высвобождаются и значительно бóльшие количества S. Подтверждением такого механизма является ранее обнаруженный в реголите из пробы АС «Луна-24» ртуть-содержащий сульфид с формулой $(\text{Cu}_{10}\text{Ag}_2\text{Hg})_{13}\text{S}_{14}$ предположительно фумарольно-экспалятивного происхождения [2].

Таким образом, атомарные ртуть и сера на поверхности Луны весьма подвижны и конденсируются при весьма невысоких температурах в условиях перепада температур лунных суток. Сохранность обнаруженных фаз можно объяснить консервирующей ролью стеклянной конденсатной плёнки, образовавшейся во время многочисленных импактных событий, что также препятствовало дальнейшей миграции ртути и серы.

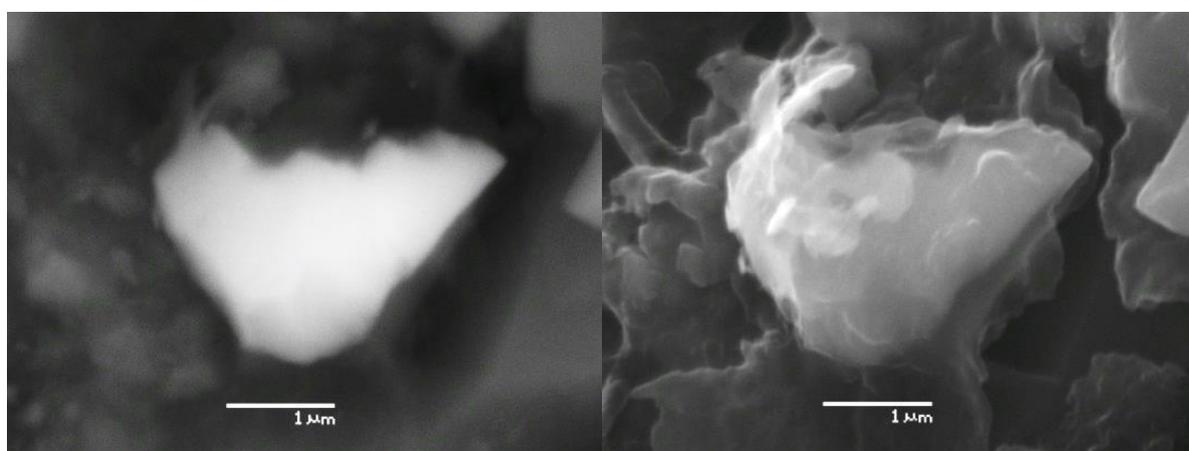


Рис.1 Изображение частицы HgS в отражённых электронах (слева) и вторичных электронах (справа).

Работа выполнена в рамках темы № 0136-2019-0010 «Исследования состава и структуры минерального вещества высоколокальными методами».

Список литературы:

1. Мохов А. В., Карташов П. М., Богатиков О. А. *Луна под микроскопом: новые данные по минералогии Луны: атлас*. М.: Наука. 2007.
2. А.В. Мохов, *I Всеросс. молодеж. конф. "Минералы, строение, свойства, методы исследования"*, Ильмены, 42-45 (2009).
3. Ю.И. Беляев, Т.А. Ковешникова, *Лунный грунт из Моря Изобилия*, Наука, Москва (1974).
4. Ю.И. Беляев, *Геохимия*, **5**, 768-770 (1975).

Растровая электронная микроскопия и другие комплементарные методы в комплексном изучении чернильных новгородских берестяных грамот XIV-XV веков

Созонтов Е.А.¹, Преснякова Н.Н.¹, Пахунов А.С.², Грешников Э.А.¹, Малахов С.Н.¹,
Гайдуков П.Г.²

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

²Институт археологии РАН, Москва

e-mail: Sozontov_EA@nrcki.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.25.58.043

Быстро растущее число инновационных аналитических методов постоянно совершенствуется и оптимизируется для анализа материалов культурного наследия [1,2]. Следует отметить, что методы растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа широко используются при изучении объектов культурного наследия фактически с начала коммерческих продаж электронных микроскопов [3]. В настоящей работе мы развиваем естественнонаучный подход для исследования письменных памятников культурного наследия, используя комплекс комплементарных аналитических методов исследования с фокусом на неразрушающие методы.

Объектами изучения были уникальные образцы письменной культуры Древней Руси - новгородские берестяные грамоты, текст которых предположительно написан чернилами. Таких “чернильных” грамот в новгородской коллекции рукописей на бересте известно всего три: №1089 - вторая половина XIVв., №496 - вторая четверть XVв., №13 - вторая четверть XVв., одна из которых (грамота №13) считается утерянной. Задачами работы были: изучение и анализ элементного состава предполагаемых чернил и бересты как основы для письма. Развитие методов цифровой визуализации фрагментов угасшего текста на бересте также входило в задачу работы.

Для грамоты №1089 второй половины XIV века определен элементный состав и проведено элементное картирование участков поверхности, включая области нанесенных букв и области основы пробкового слоя бересты вне текста. Визуализированы нечитаемые буквы текста с использованием техники мультиспектрального фотографирования. На основании детального анализа процесса нанесения текста и природы формирования цветового контраста букв на берестяной грамоте №1089 мы пришли к заключению и подтвердили экспериментально на тестовых образцах сравнения, что буквы на изучаемой берестяной грамоте могли быть нанесены пишущим инструментом (писалом) с широкой (~1мм) рабочей кромкой с использованием приема механического вдавливания (Рис.1) без применения специально приготовленных чернил. Формирование цветового контраста букв связано с процессом самоокрашивания природными органическими красителями в процессе разрушения субериновой

структуры межклеточных стенок пробкового слоя бересты при механическом вдавливании пишущего инструмента. В результате проведенных исследований грамоты №496 второй четверти XV века проведена визуализация скрытых фрагментов угасшего и плохо читаемого текста методом мультиспектрального анализа. Полученные экспериментальные данные позволяют сделать заключение, что грамота №496 действительно написана специально приготовленными чернилами. Определен состав используемых чернил, а также вероятный тип используемого пишущего инструмента.

Насколько нам известно, данная работа является первым комплексным аналитическим исследованием чернильных новгородских берестяных грамот как объектов письменной культуры Древней Руси.

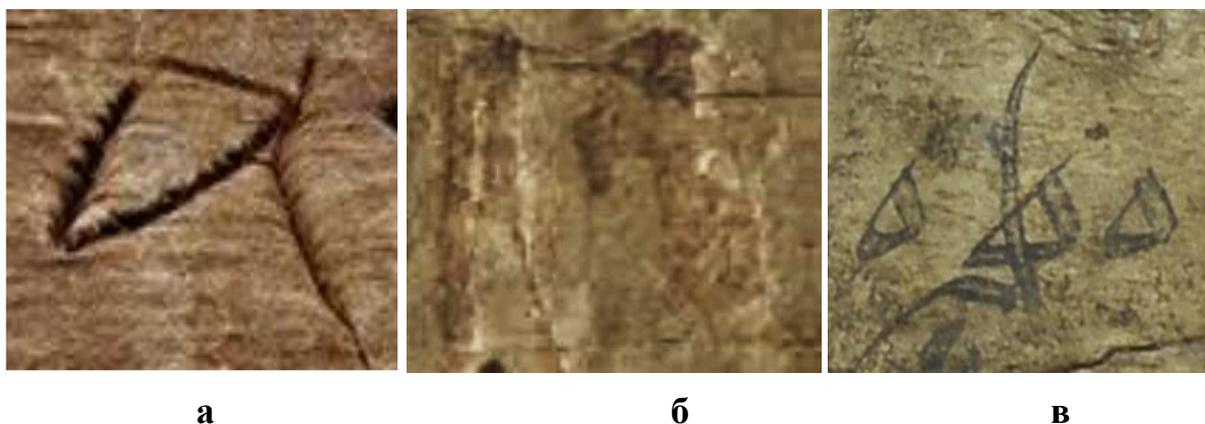


Рис.1. Технические приемы нанесения букв на бересте.

а) техника прорезания/процарапывания (грамота № 1079, б) техника продавливания пишущим инструментом, природный краситель (грамота № 1089), в) специально приготовленные чернила, гусиное перо (грамота № 496)

Список литературы:

- [1] G. Artioli, *Scientific Methods and Cultural Heritage: An introduction to the application of materials science to archaeometry and conservation science*. Oxford University Press, New York, 2010.
- [2] M. Cotte, A. Genty-Vincent, K. Janssens, and J. Susini, *C. R. Physique*, **19(7)**, 575, 2018.
- [3] A. Vasiliev, M. Kovalchuk, and E. Yatsishina, *Crystallography Reports*, **61**, 873, 2016.

Данная работа была выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 17-29-04476 офи-м) и частичной финансовой поддержке НИЦ «Курчатовский институт». Образцы для исследований предоставлены Институтом археологии РАН в рамках Соглашения о научном сотрудничестве НИЦ «Курчатовский институт» и ИА РАН.

Изучение строения природных глинистых образований

Соколов В.Н., Чернов М.С., Разгулина О.В., Юрковец Д.И., Кузнецов Р.А.

*МГУ имени М.В.Ломоносова, Геологический факультет, г. Москва, Россия
e-mail: sokolov@geol.msu.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.83.42.044

Глинистые образования чрезвычайно широко распространены на земной поверхности. Особенностью глин является то, что структурные элементы в них, обычно имеют микронный и субмикронный размер, и сложены частицами глинистых минералов. Микроморфологические исследования глинистых образований имеет особое значение для понимания истории их развития и объяснения многих свойств, связанных с чрезвычайно малым размером и высокой физико-химической активностью глинистых минералов. Наиболее информативным методом исследования микро- и наностроения глин является растровая (или сканирующая) электронная микроскопия (РЭМ).

С помощью РЭМ возможно изучать мельчайшие детали строения глинистых образований – особенности микрорельефа поверхности; размер и форму глинистых частиц, их ультрамикрoагрегатов и характер структурных связей между ними; размер и форму пор; степень ориентации структурных элементов. Для получения количественной информации о микростроении глинистых образований авторами было разработано ПО «СТИМАН». С его помощью можно проводить количественный анализ микроструктуры материала, по серии разномасштабных изображений. В результате могут быть получены данные о размере, форме и ориентации структурных элементов, построены кривые распределение структурных элементов по размеру, форме, площадям и т.д., а также оценен ряд других характеристик [1,2]. При таком анализе учитываются структурные элементы от ультратонких <0,1 мкм до крупных 10-100 мкм и более.

Однако, для получения полной корректной информации о строении природных глинистых образований, необходимо проводить исследования на разных масштабных уровнях. При этом, при небольших увеличениях, проведение количественного анализа становится затруднительным. РЭМ позволяет исследовать лишь небольшие участки поверхности (до 5x5 мм²), что может быть недостаточным при изучении образцов с неоднородным строением. Помимо этого, часто для РЭМ исследований используется наименее нарушенный фрагмент образца, из-за чего полученные данные будут характеризовать участок с заведомо более однородным микростроением.

В настоящее время активно развивается метод компьютерной рентгеновской микротомографии (μ КТ). Результаты томографических исследований позволяют различать внутри образцов крупные структурные элементы: макропоры, трещины, различные по плотности и составу участки образца. Наиболее эффективен этот метод при изучении объектов с неоднородным строением. Однако, у данного метода есть ряд существенных недостатков. При КТ-исследованиях существует прямая зависимость разрешающей способности съемки от размера образца. Предельная разрешающая способность современных μ КТ-приборов ограничивается 0,3-0,5 мкм, при этом диаметр образца не превышает 0,5 мм, в то же время, как и в РЭМ исследованиях, невозможно оценивать вклад более крупных структурных элементов. При изучении образцов большего размера, существенно снижается разрешение полученных в результате съемки изображений.

Для устранения описанных выше недостатков авторы предложили новую методику изучения структуры образца с помощью комплексного анализа данных РЭМ- μ КТ [3], позволяющую учесть нано- (<0,1 мкм), микро- (0,1-100 мкм) и макроструктурные (> 100 мкм) особенности образцов. Макроструктурные особенности исследуются с помощью рентгеновского компьютерного микротомографа (μ КТ) при увеличениях от 5 до 100 крат. При этом изучаются представительные образцы (размером до 5x5x10 см³). В результате анализа образца с помощью μ КТ получают количественные данные о крупных структурных элементах (0,1–10 мм) и определяются участки, которые будут исследоваться с помощью РЭМ, для получения информации о нано- и микроструктуре образца.

В дальнейшем ПО «СТИМАН» позволяет объединять результаты, полученные с помощью РЭМ и μ КТ и проводить количественный анализ структуры по суммарному массиву данных. Таким образом, в ходе исследования могут быть получены количественные данные о всех масштабных уровнях строения образцов природных глинистых образований.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты 16-05-00971а, 17-05-01045а). Исследования выполнены с применением оборудования, приобретенного в рамках реализации Программы развития Московского университета (РЭМ LEO 1450VP, Германия; μ КТ Yamato TDM 1000H-II, Япония).

- [1] В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 1998. № 1. С. 33-41.
- [2] В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008. № 4. С. 377–382.
- [3] Л.Г. Булыгина, В.Н. Соколов, М.С. Чернов и др. // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2014. № 5. С. 457-463.

Особенности калибровки модели Монте-Карло в приближении непрерывного замедления для расчёта траекторий электронов

Татаринов В.В., Макшаков А.С.

Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН
e-mail: tatarinov@igc.irk.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.20.31.045

Начиная с 1960-х годов метод Монте-Карло используется для оценки влияния матрицы на результаты определения состава микровключений при рентгеноспектральном электронно-зондовом микроанализе (РСМА) и растровой электронной микроскопии (РЭМ). Среди ранних работ следует отметить публикацию Г. Лава, М. Кокса и В. Скотта [1], в которой потери энергии электронов учитываются в приближении непрерывного замедления, а изменение направления движения электронов определяется с помощью углов рассеяния, которые стохастически рассчитываются с использованием формулы Резерфорда. За последние два десятилетия появились более совершенные версии моделей Монте-Карло, которые положены в основу программного обеспечения для моделирования процессов взаимодействия электронов с веществом при РСМА и РЭМ (например, PENERMA, CASINO, DTSA-II). Эти модели включают в себя детальное описание упругих и неупругих взаимодействий электронов и геометрические условия возбуждения рентгеновского излучения и измерения аналитического сигнала в данных моделях представлены в более совершенной форме, чем в модели [1]. Тем не менее, простая полуэмпирическая модель [1] позволяет удовлетворительно описать распределение рентгеновского излучения по глубине массивного образца, которое определяет влияние матрицы на аналитический сигнал [2].

Для проведения калибровки модели [1] прицельный параметр (минимальное расстояние между прямой, совпадающей с направлением движения электрона до акта рассеяния, и рассеивающим ядром) подбирается таким образом, чтобы обеспечить минимальное отклонение от коэффициента обратного рассеяния η или от фактора обратного рассеяния R . Для оценки относительной интенсивности аналитического сигнала должны учитываться только те электроны, энергия которых больше, чем энергия ионизации q -оболочки для выбранной аналитической линии и в таком случае калибровка модели проводится по R -фактору [3-4].

В программном обеспечении многих современных электронно-зондовых микроанализаторов в рамках метода ZAF-коррекции для расчёта R -фактора используется аппроксимация Данкамба-Рида, которая была использована для калибровки модели в данной работе. На рис. 1 приведены примеры расчётных траекторий электронов в массивных образцах чистого мышьяка при точечном зонде с начальной энергией электронов $E_0=20$ кэВ. На рис. 1а приведены

траектории электронов с полным пробегом от E_0 до $E \sim 0$ с калибровкой по η , а на рис. 1б приведены траектории электронов, ограниченные до E_q с калибровкой по R -фактору для As $K\alpha$ -линии. Таким образом, граница облака траекторий электронов на рис. 1б условно совпадает с границей области генерации рентгеновского излучения As K -серии в образце.

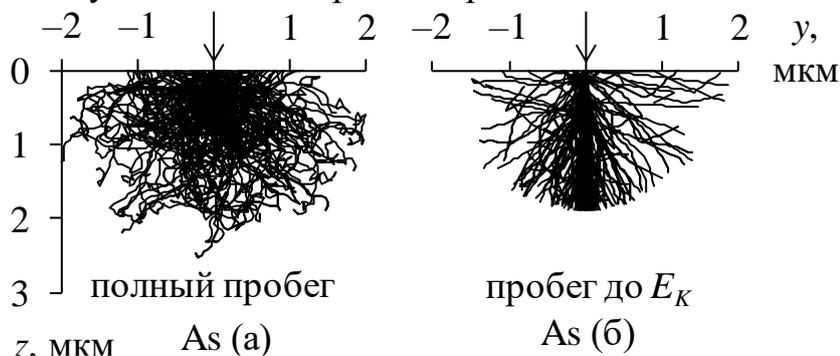


Рис.1. Траектории электронов в чистом мышьяке при точечном зонде

Из рис. 1 видно, что при калибровке модели по R -фактору для As $K\alpha$ -линии форма траекторий электронов до E_q существенно отличается от формы траекторий, рассчитанных при калибровке по η для полного пробега до $E \sim 0$. Средняя глубина траекторий z для полного пробега на рис. 1а больше, чем для пробега до E_q на рис. 1б, что соответствует реальным условиям проведения РСМА. В случае высоких перенапряжений ($E_0/E_q \gtrsim 2.5$) при калибровке по R -фактору, рассчитанному по формуле Данкамба-Рида, может наблюдаться обратная картина, при которой траектории, ограниченные до E_q с калибровкой по R -фактору, будут иметь несколько большую или сопоставимую глубину z по сравнению с полными траекториями с калибровкой по η . Такое поведение объясняется особенностями аппроксимации Данкамба-Рида для соответствующей области энергий. При калибровке модели для золота по Au $L\alpha$ -линии и для элементов S, Fe, Cu и As в сульфидных минералах по соответствующей $K\alpha$ -линии не наблюдается существенного занижения глубины при калибровке по R -фактору по сравнению с глубиной при калибровке по η .

Исследования выполнены при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов 20-05-00142, 18-33-20104, 18-33-00369 и гранта Президента РФ МК-2645.2019.5.

Список литературы:

- [1] G. Love, M. Cox, V. Scott, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **10** (1), 7 (1977).
- [2] В.В. Татаринов, А.С. Кузаков, *Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.*, (3), 37 (2020).
- [3] A. Finkelshtein, V. Tatarinov et al., *X-Ray Spectrom.*, **47** (6), 423 (2018).
- [4] В.В. Татаринов, А.Л. Финкельштейн и др., *Аналитика и контроль*, **21** (3), 208 (2017).

Изучение микроструктурной смачиваемости карбонатных пород в РЭМ

Кузьмин В.А.

Институт проблем нефти и газа РАН, 11933 Россия, Москва, Губкина 3.

**e-mail: kuzminva@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.88.18.046

Для нефтегазопромысловой геологии большой интерес представляет состояние пласта с точки зрения его взаимодействия с насыщающими флюидами, то есть смачиваемости. Известно, что поверхностные свойства породы существенно влияют на относительную фазовую проницаемость и капиллярное давление, поэтому при разработке углеводородных месторождений необходим их учет. В коллекторах нефти и газа характеристика поверхности порового пространства, в ряде случаев, является сложной проблемой из-за неоднозначности косвенных методов. Прямые методы исследования смачиваемости для пород не всегда возможны.

Ранее был предложен прямой способ изучения микроструктурной смачиваемости на основе сконденсированных капель, наблюдаемых в оптический микроскоп [1]. В настоящее время получило развитие изучение капель непосредственно в РЭМ. Хотя метод технически достаточно сложен, он позволяет изучать микроструктурную смачиваемость на отдельных породообразующих минералах, то есть детализировать информацию о поверхностных свойствах порового пространства породы [2].

Для карбонатных низкопроницаемых пород оценка смачиваемости с использованием центрифуги неэффективна, поэтому предпочтительно использовать прямые методы. С этой целью использовался аналитический автоэмиссионный прибор высокого разрешения (1 нм) РЭМ LEO SUPRA 50VP (РЭМ) с возможностью просмотра объектов в условиях низкого давления (ESEM). Прибор также оборудован полупроводниковым рентгеновским энергодисперсионным анализатором для элементного анализа. Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) использовался для определения химического состава и идентификации минералов.

При определении смачиваемости был реализован принцип конденсации микроскопических капель воды на образце во влажной камере и измерения краевого угла по РЭМ-изображениям. При таком способе капли самопроизвольно формируются за счет конденсации паров на поверхности породообразующих минеральных зерен и кристаллов. Сконденсированные капли, на начальном этапе, имеют очень маленький размер, при этом впитывания жидкости в поры не происходит, так как размер капель меньше пор.

Были изучены возможности определения с помощью РЭМ смачиваемости поверхности кальцита в порах разного размера для образцов отобранных из

нефтенасыщенных пластов месторождения, для которых косвенные методы оценки неэффективны. Результаты подтвердили гидрофобные поверхностные свойства порового кальцита в капиллярных каналах.

На рис. 1 показаны капли образованные посредством конденсации на охлажденную поверхность скола известняка. На кристалле кальцита можно наблюдать практически сферические капли воды.

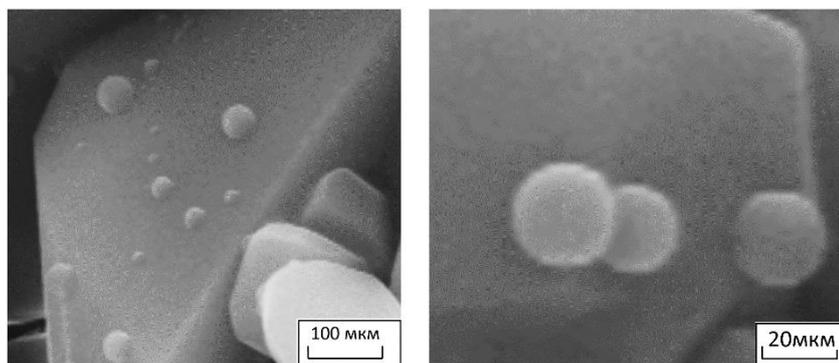


Рис.1. Образец известняк, капли и их детализация на поверхности кальцита.

[1] Способ определения дифференцированной смачиваемости минералов, входящих в состав пород-коллекторов: Патент № 2490614 Рос. Федерация / Кузьмин В.А., Михайлов Н.Н., Моторова К.А., Кузьмина И.И.

[2] Ivanova, A., Mitiurev, N., Cheremisin, A. *et al. Sci Rep* 9, 10667 (2019). <https://doi.org/10.1038/s41598-019-47139-y>

Работа выполнения в рамках государственного задания по темам «Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях», № АААА-А19-119030690047-6.

ВРЭМ исследования органических микроструктур карбонатных пород

Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А.

Институт проблем нефти и газа РАН, Россия, 11933 Москва, Губкина 3.

e-mail: skibitchka@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.46.14.047

Применение, для исследования органического вещества (ОВ) в карбонатных породах, современного оборудования, и в частности, высокоразрешающей растровой электронной микроскопии открывает новые возможности для детального микроструктурного анализа коллекторов нефти и газа.

Это позволило подтвердить концепцию «геобиополимерного» или минерально-органического полимерного строения карбонатной породы. Согласно этой концепции карбонат это метастабильная физико-химическая многокомпонентная минерально-органическая коллоидная система с высоким литогенетическим и нефтегазогенерационным потенциалом, с высокой степенью самоорганизации, активно взаимодействующая с внешней средой и преобразующаяся во времени как по своим внутренним законам, так и под влиянием внешней среды. Карбонат как природный минерально-органический полимер формируется в процессе седиментогенеза и в раннем диагенезе в связанные химически: неорганическую (карбонат кальция, магния, железа) и органическую - органический анион карбонатно-органической молекулы [1, 2].

Для изучения таких свойств карбонатов нами использовались возможности растрового электронного микроскопа высокого разрешения

Исследованиями было установлено, что карбонатное породобразующее вещество месторождений углеводородов обладает рядом оригинальных, ранее неизвестных свойств: построено на основе упорядоченных наноразмерных глобулярных (фибриллярных) надмолекулярных структур (рис. 1), в зависимости от стадий своего преобразования в различной степени набухает в воде и в углеводородах (рис. 2, рис. 3)

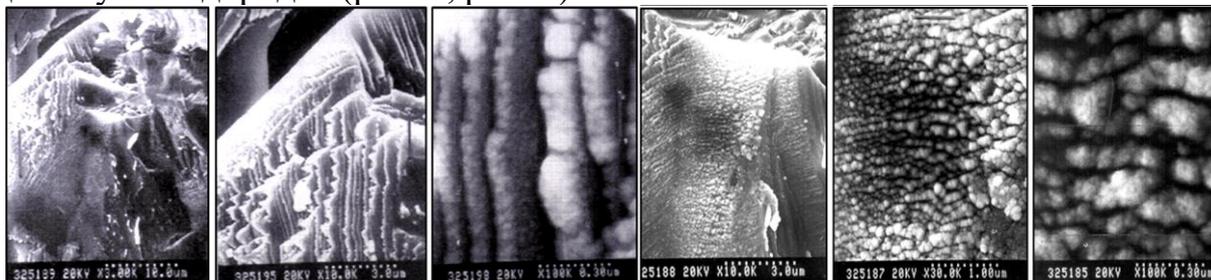


Рис. 1. Полимерная надмолекулярная наноглобулярная структура карбонатных зерен в образцах пород продуктивных газонасыщенных отложений. Образец №92, С₃, Скв. № 2027, Оренбургское НГКМ

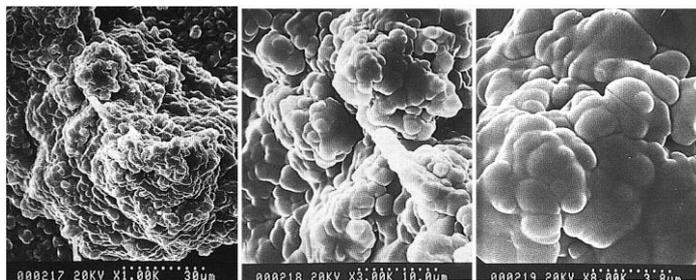


Рис. 2. Оренбургское нефтегазоконденсатное месторождение. P1 art. Набухание зерен образца разуплотненного плитчатого известняка при контакте с жидкими углеводородами (с дизельным топливом). ОНГКМ, Караванная площадь, скв. 175, P₁sm, интервал отбора 2002,7-2005,7м.

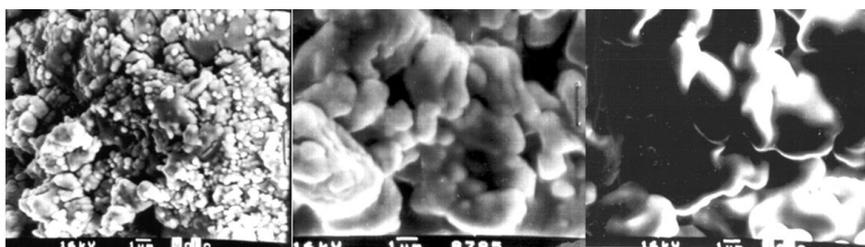


Рис. 3. Образец карбонатной нефтегазоматеринской матрицы (в порошке) в контакте а) с водой минерализованной (1,5% NaCl+1% MgCl₂), высокощелочной (NaOH) рН=13; б) с водой дистиллированной рН=7 – ограниченное набухание; в) с дизельным топливом рН=5,5 – активное набухание. Увел. 5000^x. Известняк плитчатый разуплотненный. ОНГКМ, Караванная площадь, скв. 175, P₁sm, интервал отбора 2002,7-2005,7м.

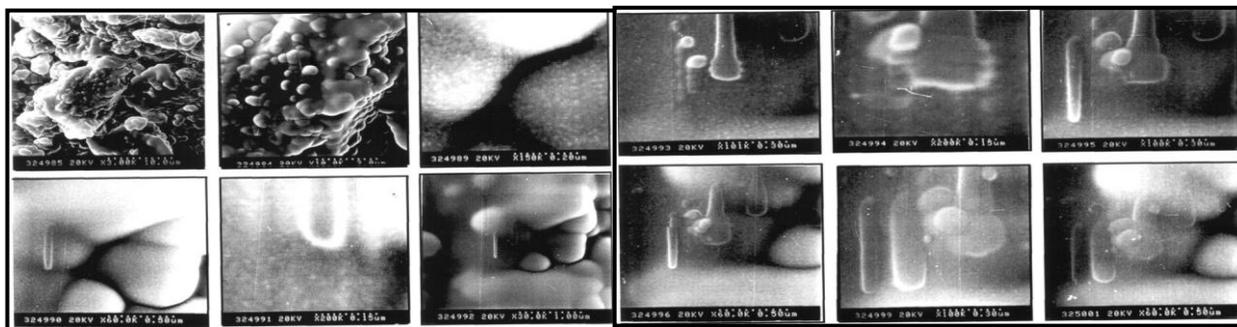


Рис. 4. Фазовые преобразования и организация новых форм в карбонатных породах под действием потока электронов (в электронном микроскопе высокого разрешения при увеличениях ≥ 150000 раз. P1 sm скв. 26. Карачаганакское НГКМ

Список литературы:

- [1] Скибицкая Н.А., Яковлева О.П., Григорьев Г.А., и др // Геология нефти и газа. 1997. № 12. С. 20–25.
- [2] Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А., Большаков М.Н., Бурханова И.О., Крючков В.А. (ИПНГ РАН). Материалы седьмой международной научно-практической конференции «Новые Идеи в Геологии Нефти и Газы-2017». МГУ имени М.В. Ломоносова, 25-26 мая 2017 г.. с. 327-331.

Работа выполнена в рамках государственного задания по темам «Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях», № АААА-А19-119030690047-6.

Определение ориентации порового пространства в породах по РЭМ-изображениям.

Кузьмин В.А.

Институт проблем нефти и газа РАН, 11933 Россия, Москва, Губкина 3.

**e-mail: kuzminva@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.15.17.048

В настоящее время РЭМ-исследования пород-коллекторов нефти и газа, в рамках модели «цифрового керна», позволят получать большое число важных микроструктурных параметров, необходимых для математического моделирования фильтрационных процессов. В качестве таких параметров обычно используют данные размеров пор (их распределение), координационное число сеточной модели, средние величины отношения диаметров пор и каналов, периметр и др. В то же время, недостаточное внимание уделяется ориентации порового пространства, которое в ряде случаев может существенно влиять на методы разработки месторождения. Определение ориентации поровых каналов в породе с помощью РЭМ, в случае отбора керна с фиксацией его положения непосредственно в пласте, позволяет учесть фактор неоднородной фильтрации в разных направлениях.

В ИПНГ РАН разработана программа для определения ориентации порового пространства по катодолюминесцентным РЭМ-изображениям. Алгоритм программного продукта основан на методе «секущих линий» для изображений имеющих бинарное, черно-белое изображение, без полутонов. Впервые такой алгоритм оценки ориентации был предложен в работе Кузьмина В.А. 2013[1]. Согласно способу, на изображение наносят параллельные секущие линии, которые виртуально вращают в пределах угла от 0 до 180° относительно горизонтали. Для каждого направления определяют среднее значение длины всех элементов (отрезков), пересекающих сечения пор. Направление ориентации определяют по максимальному значению средней длины, определенному по всем направлениям.

Используя этот алгоритм, в ИПНГ РАН Большаковым М.Н. в программном продукте «Коллектор» создан раздел, позволяющий измерять направления преимущественной ориентации порового пространства и проводить сравнительную оценку ориентации пор по всем направлениям. Для этого, в процессе программного анализа РЭМ изображения, величина значения средней длины отрезков элементов изображений по секущим линиям служит масштабом для построения векторной диаграммы. Выбор шага угла поворота секущих линий относительно горизонтали определяет количество выбранных направлений и точность анализа ориентации. Чем меньше шаг угла, тем больше количество выбранных направлений и соответственно более точное определение направления ориентации. После обработки изображений строится векторная

диаграмма ориентации и рассчитывается ее цифровое значение. На рис.1 показан пример определения ориентации порового пространства известняка из Вуктыльского месторождения нефти и газа.

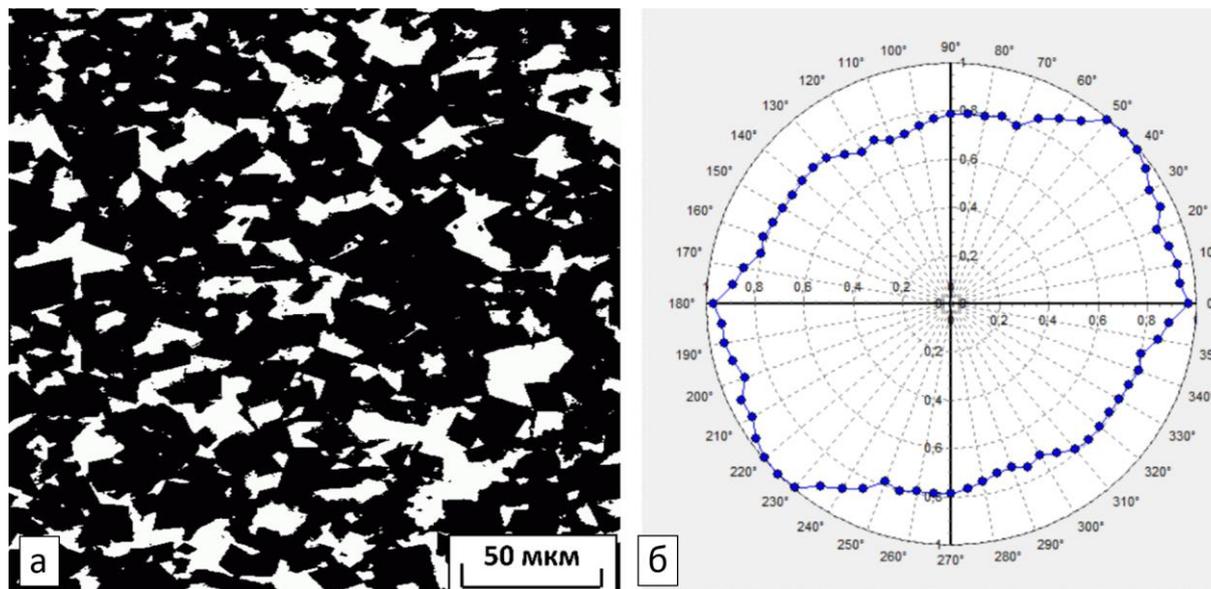


Рис.1. Поровое пространство в доломитизированном известняке, Вуктыльское месторождение (катодоллюминесценция в РЭМ). Определение ориентации порового пространства методом «секущих линий» а - РЭМ-изображение порового пространства; б - векторная диаграмма ориентации порового пространства.

[1] Патент №2491630 (2013). Способ определения ориентации элементов изображения Авт. Кузьмин В.А, Кузьмина И.И., Каменская К.В.

Работа выполнена в рамках государственного задания по темам «Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях», № АААА-А19-119030690047-6.

Особенности нефтенасыщения порового пространства карбонатных пород

Кузьмин В.А.

Институт проблем нефти и газа РАН, 11933 Россия, Москва, Губкина 3.

e-mail: kuzminva@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.89.45.049

В классическом представлении считается, что в нефтенасыщенных гидрофильных породах нефть, являясь не смачивающей фазой, занимает центральную часть более крупных пор, в то время как субкапиллярное поровое пространство полностью насыщено водой. Такое представление является, по-видимому, верным в случае миграции нефти из нефтематеринских пород и формирования месторождения в ловушках.

В последние годы в ИПНГ РАН Скибицкой Н.А. с соавторами предложена новая концепция формирования карбонатных месторождений, согласно которой «матричная нефть» в ряде случаев может образовываться непосредственно в поровом пространстве коллектора. Выделение углеводородных компонентов непосредственно в субкапиллярное поровое пространство карбонатных коллекторов изменяет классическое представление о заполнении различных размерных групп пор нефтью.

Ранее в работе [1] сообщалось об исследованиях влияния микроструктурной смачиваемости на характер заполнения нефтью различных размерных групп и генетических типов пор. В настоящей работе приведены результаты дальнейших исследования нефтенасыщенных пород в РЭМ. Было изучено распределение нефти в поровом пространстве пород из пермско-каменноугольных отложений Усинского месторождения Тимано-Печорской нефтегазоносной провинции, насыщенных очень высоковязкой нефтью. Образцы были отобраны из продуктивных отложений нефтяной залежи, которая представлена сложнопостроенными карбонатными коллекторами. В процессе исследования микростроение насыщенных пород сопоставлялось с микростроением образцов отмытых от нефти.

Для исследований использовался РЭМ с автоэмиссионным источником LEO SUPRA 50 VP (Carl Zeiss) снабженным энергодисперсионным спектрометром INCA ENERDGY (фирма Oxford Instruments). Прибор имеет дифференциальную откачку и может работать в низковакуумном режиме (ESEM), обеспечивающим давление в камере приблизительно 1500-2000 па. Исследования были проведены на образцах с очень вязкой битуминозной нефтью, которая присутствуя в небольшом количестве, не сильно изменялась в низковакуумном режиме прибора и некоторое время ее можно было наблюдать в РЭМ.

Исследования в РЭМ показали, что распределение нефтяной фазы в поровом пространстве имеет сложный характер, разные группы пор могут быть заполнены нефтью независимо от их принадлежности к капиллярным или субкапиллярным размерным группам. В ряде случаев нефть может покрывать кальцитовые зерна сплошной пленкой (рис.1).

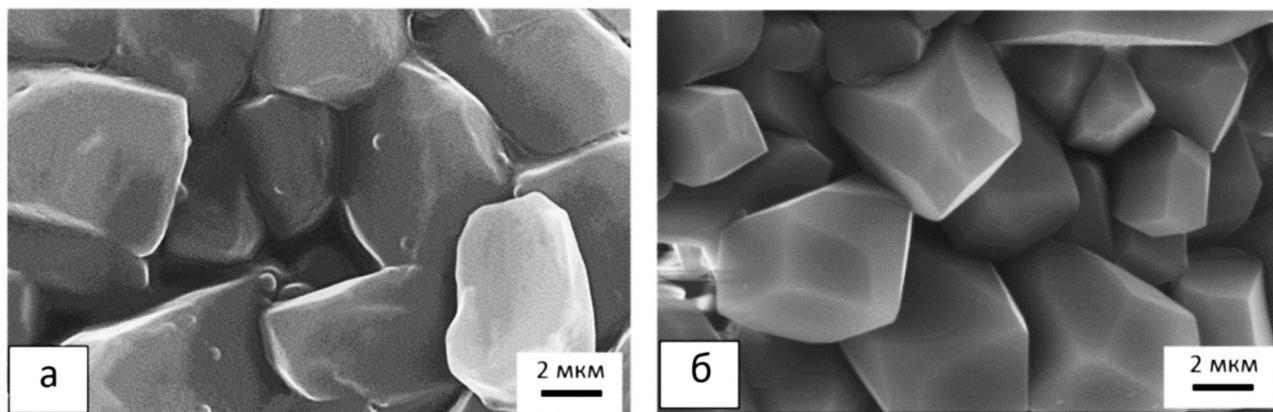


Рис.1. а - микростроение известняка с поровым пространством насыщенным нефтью. Нефть покрывает кальцитовые зерна в виде пленки; б – известняк после экстрагирования (отмытый образец)

[1] В. А. Кузьмин, н. Н. Михайлов, н. А. Скибицкая. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, № 9, с. 102–108

Работа выполнена в рамках государственного задания по темам «Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях», № АААА-А19-119030690047-6.

Микроструктурные исследования коллекторов нефти и газа при моделировании фильтрационных процессов

Кузьмин В.А.

Институт проблем нефти и газа РАН, 11933 Россия, Москва, Губкина 3.

e-mail: kuzminva@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.90.89.050

В последние годы проблема более эффективной разработки нефтяных и газовых месторождений приобрела еще большую актуальность в связи с увеличением количества месторождений с трудноизвлекаемыми запасами. Такие месторождения связаны, в частности, с карбонатными коллекторами, отличающимися повышенной неоднородностью.

В настоящей работе приведены результаты изучения в РЭМ влияния микростроения на фильтрационно-емкостные свойства в мелкозернистых доломитизированных известняках Вуктыльского нефтегазоконденсатного месторождения. Изученные образцы были отобраны для проведения фильтрационных испытаний на натуральных керновых моделях. Анализ микростроения пород полностью осуществлялся с помощью РЭМ. Микростроение изучалось во вторичных электронах (морфология и размер кристаллов). Для определения минерального состава породообразующих кристаллов применялся микрондовый рентгеновский анализ, также применялся катодоллюминесцентный способ изучения порового пространства и анализ РЭМ-изображений для получения статистических характеристик [1]. На рис.1 показан пример анализа микростроения в РЭМ для мелкозернистого доломитизированного известняка из Вуктыльского месторождения, по которому получены данные микроструктурных параметров.

Проведенные исследования показали, что образцы имеют различия в доленом объеме крупных пор, что отражается на кривых распределения пор по размерам. По вещественному составу, размеру зерен (кристаллов), а так же интенсивности вторичных процессов (доломитизация, перекристаллизация), породы очень близки. Незначительные различия наблюдаются в размерах (усредненное значение) кристаллов вторичного ромбоэдрического доломита, которые присутствуют во всех исследованных образцах. Расчетное значение отношения диаметров пор и каналов (их усредненное значение) $d_{\text{пор}}/d_{\text{кан}}$, рассчитанное на основании статистической обработки прямых измерений в электронном микроскопе, различаются. Как показали исследования причина этого связана со строением поровой системы, на которое указывает расчетное значение координационного числа. Отличия наблюдаются и в строении ячейки канал-пора. Эти различия влияют на фильтрационно-емкостные свойства.

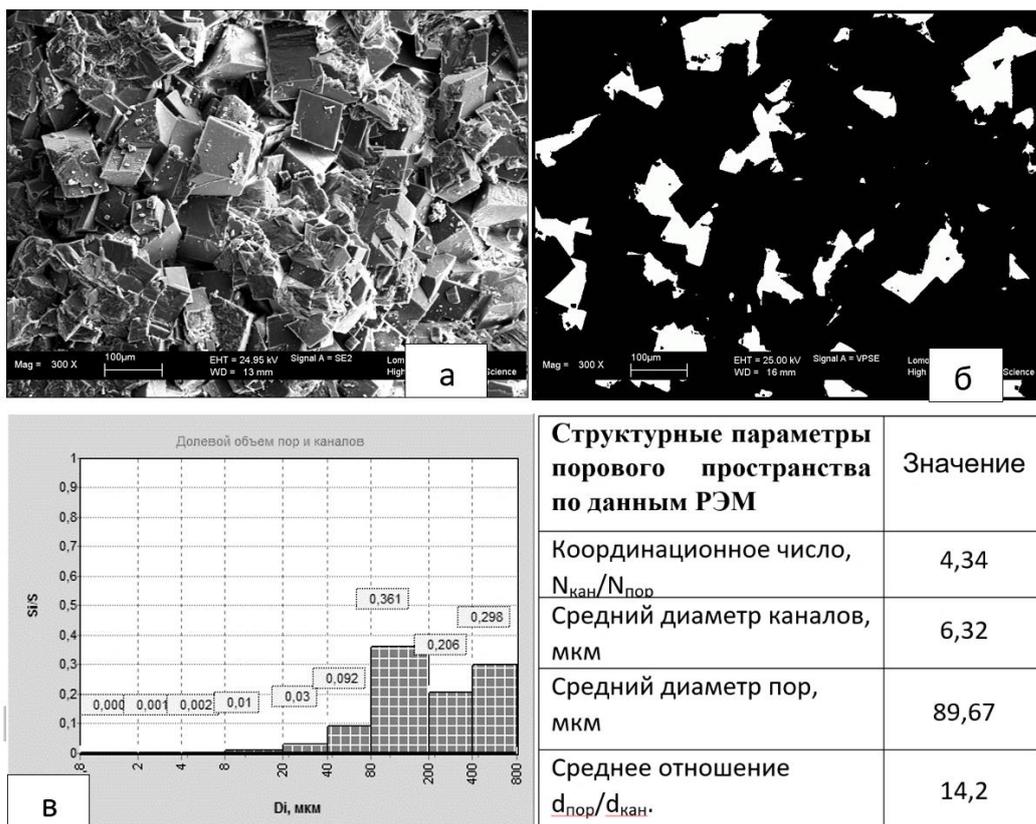


Рис.1. Образец мелкозернистый доломитизированный известняк: а-микростроение; б- поровое пространство (катодоллюминесценция); в- гистограмма долевого объема пор и каналов по результатам РЭМ-анализа изображений.

[1] V. A. Kuzmin. Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2007, Vol. 1, No. 6, pp. 687–690.

Работа выполнения в рамках государственного задания по темам «Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях», № АААА-А19-119030690047-6.

Микроскопическое исследование тектитов с острова Белитунг (Индонезия)

Михуткин А.А.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182 Россия, Москва, пл.
Академика Курчатова, д. 1
e-mail: alex.mikhutkin@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.22.92.051

Была проведена экспедиция на остров Белитунг в Индонезии. Остров Белитунг (*Belitung*) расположен между островами Суматра и Калимантан (Борнео) (между Южно-Китайским и Яванским морями) и практически никому не известен за пределами Индонезии. В Индонезии остров известен уникальными загадочными чёрными камнями, называемыми «*Satam stone*» или по-индонезийски «*Batu Satam*» (за пределами Индонезии известны как Биллитониты (*Billitonites*)). В ходе экспедиции эти камни (рис. 1) были найдены и привезены для исследований в Россию, где ранее они не изучались и не представлены даже в крупнейшем собрании минералов в России - Минералогическом музее им. А.Е. Ферсмана РАН.

По внешним признакам найденные камни (рис. 1) относятся к тектитам и предположительно имеют импактное космогенное происхождение, т.е. образовавшиеся в результате ударно-взрывного (импактного) породообразования и ударного метаморфизма при столкновении крупного космического тела с поверхностью Земли в древние времена. С целью подтверждения происхождения найденных камней, изучения их природы, точной геологической классификации, был проведен ряд лабораторных исследований, включающих изучение микроструктуры и химического состава образцов.

На рис. 2 представлены типичные изображения поверхности образцов, полученные на оптическом (рис. 2а) и растровом электронном микроскопах (РЭМ) (рис. 2б). С помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализа со шлифа образца получены данные об элементном составе.

Изучение данного вида тектитов и систематизация данных по другим видам тектитов позволят не только понять природу образования такого рода объектов, но и прикоснуться к загадкам глобальных катастрофических событий прошлого.

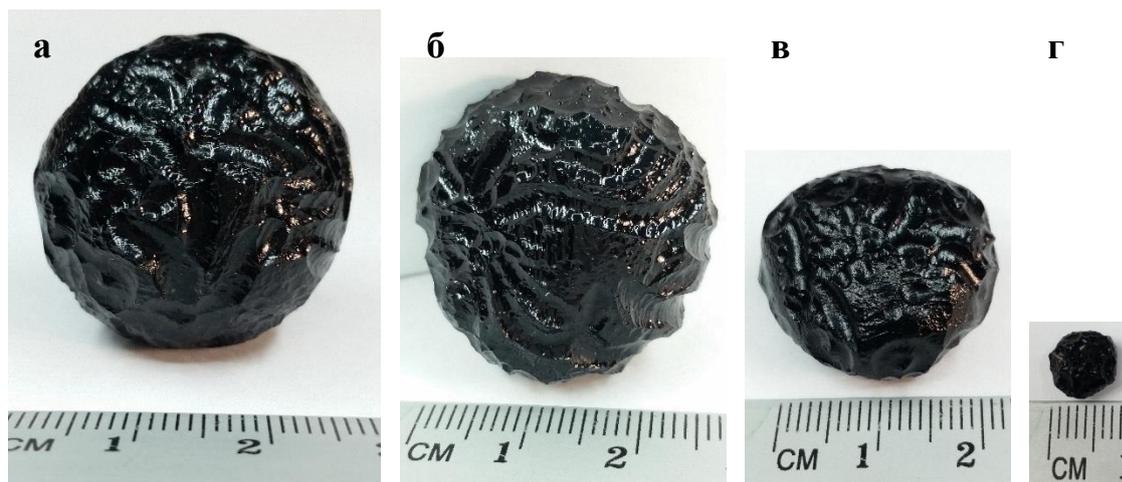


Рис.1. Фотографии тектитов с острова Белитунг (Индонезия): в порядке уменьшения размера от **а** к **г**.

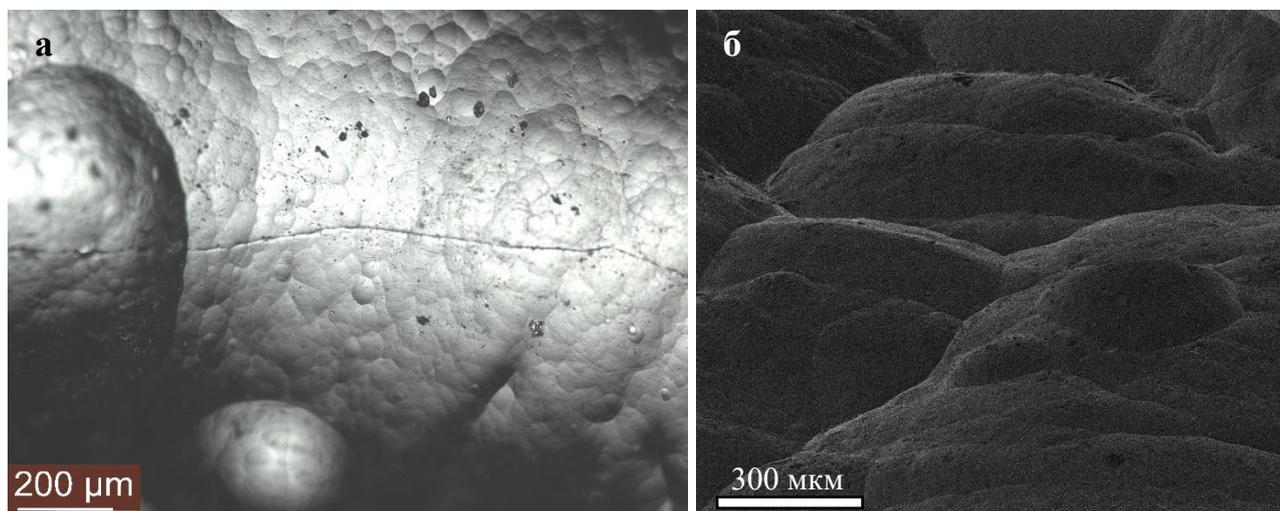


Рис.2. Микроскопические изображения поверхности тектитов с острова Белитунг (Индонезия): **а** – оптическая микроскопия в режиме светлого поля, **б** – РЭМ в режиме детектирования вторичных электронов.

Аутигенный минералогенез – исследования методами электронной микроскопии

Козакова О.В., Закирьянов И.Г., Астаркин С.В., Решетников М.В.

Филиал ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг» «КогалымНИПИнефть» в г. Тюмени
e-mail: ReshetnikovMV@tmn.lukoil.com

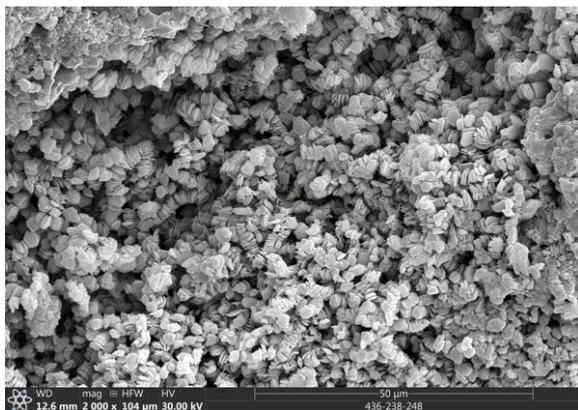
DOI: 10.37795/RCEM.2020.47.97.052

В нефтегазовой геологии вопросам определения вещественного состава пород-коллекторов в настоящее время уделяется большое внимание [1-3]. Особый интерес вызывает изучение процессов аутигенного минералогенеза – вторичного образования минералов в горных породах в результате различных процессов. Аутигенный минералогенез может приводить к образованию в горных породах минералов, относящихся к различным классам, а именно силикатов (каолинита, хлорита, гидрослюда), карбонатов (кальцита, доломита), сульфидов (пирита) и других. Образующиеся минералы могут значительно влиять на фильтрационно-емкостные свойства (ФЕС) пород-коллекторов, приводя как к их улучшению, так и ухудшению.

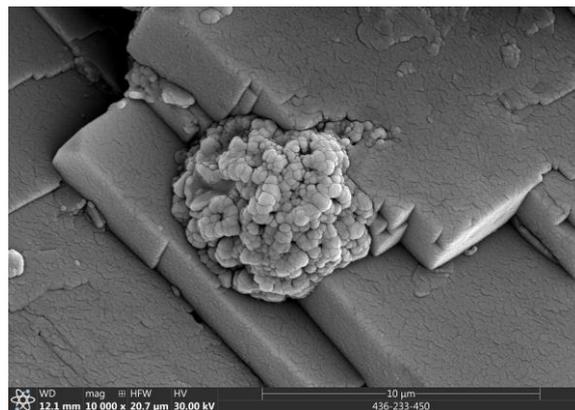
Определение вещественного состава пород-коллекторов в целом и их аутигенной минерализации – сложная задача. Наиболее подходящим методом исследования в настоящее время является метод электронной микроскопии. В настоящей работе представлены результаты изучения кернового материала пласта ЮС₁ Тевлинско-Русскинского нефтяного месторождения.

По результатам проведения стандартных исследований керна Тевлинско-Русскинского месторождения установлено, что пласт ЮС₁ представлен сложным взаимоотношением алевролитов, песчаников и карбонатных пород. Основную роль для формирования коллекторских свойств в пласте играют эпигенетические процессы, что предполагает наличие связей между фильтрационно-емкостными свойствами (ФЕС) и вторичными минералами. Изучение вторичных минералов проводилось при помощи сканирующего электронного микроскопа Quattro S фирмы Thermo Fisher Scientific.

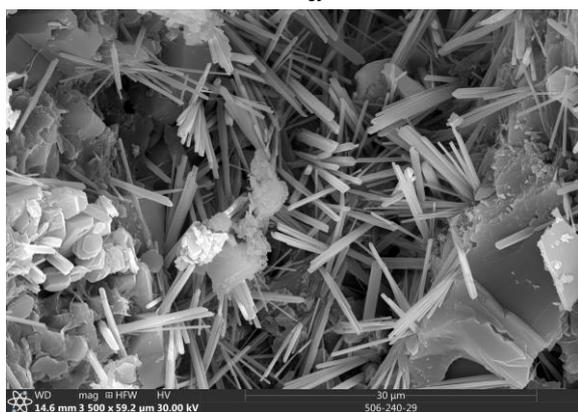
В результате проведенных исследований установлено присутствие в изучаемых горных породах различных аутигенных минералов (рисунок 1). Изучение порового пространства позволило установить неоднородность каолинита: в исследуемых породах он не образует плотную сетку, а имеет микропористость, что позволяет обеспечить движение флюидов в породах-коллекторах. Хлорит и гидрослюда, в отличие от каолинита, характеризуются более плотным строением. Вероятно, эти минералы являются отражением фонового литогенеза, то есть образуются по ранее образовавшимся глинистым минералам, в связи с чем отрицательно влияют на ФЕС и движение флюидов в породах-коллекторах.



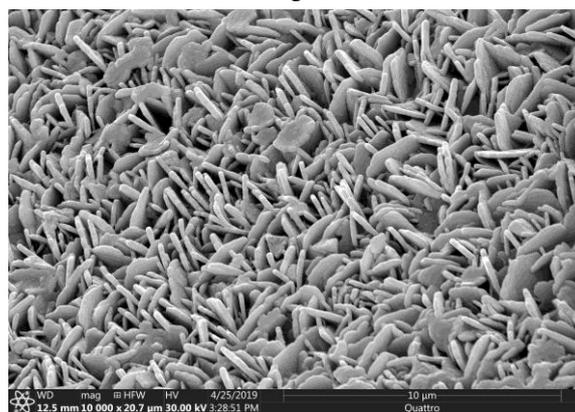
а



б



в



г

Рис. 1. Примеры аутигенных минералов в исследуемых горных породах: а – каолинит, б – кальцит и доломит, в – гидрослюда, г – хлорит

В результате проведенных исследований установлено, что развитие процесса аутигенного минералогенеза в породах-коллекторах пласта ЮС₁ Тевлинско-Русскинского нефтяного месторождения имеет как отрицательное воздействие на их ФЕС, так и положительное.

Список литературы:

- [1] Леонова Л.В., Главатских С.П., Метод сканирующей электронной микроскопии при изучении песчанниковых обособлений, сцементированных минералами окиси железа и марганца, Минералы: строение, свойства, методы исследования, 2013, № 5, С. 109-111.
- [2] Нвизуг-Би Л.К., Савенок О.В., Мойса Ю.Н., СЭМ-ЭДС-характеризация битуминозных песчанников на юго-западе Нигерии, Нефть. Газ. Новации, 2017, № 10, С.14-16.
- [3] Балущкина Н.С., Калмыков Г.А., Коробова Н.И., Шарданова Т.А. Структура пустотного пространства нефтенасыщенных пород баженовской и абалакской свит в центральной части Западно-Сибирского бассейна, Вестник Московского университета, Серия 4: Геология, 2015, № 5, С. 69-77.

Необычное строение монокристаллов молибденита по данным ТЕМ микроскопии

Трубкин Н.В., Сивцов А.В.

ИГЕМ РАН. Москва, Старомонетный пер., 35.e-mail:tru@igem.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.92.46.053

Частицы молибденита изучались в традиционных, диспергированных ультразвуком суспензионных препаратах. Использовался аналитический просвечивающий электронный микроскоп JEM-2100 и рентгеновский энергодисперсионный спектрометр Oxford.

Монокристаллы, извлеченные из кварца, показали новое и неожиданное строение. Минерал был представлен в виде однородных разной толщины пластинок размером 0.5-15 мкм и агрегатов из мелких листочков со слоистой структурой 2H-политипа. Слои состоят из тригональных MoS_6 призм, связанных друг с другом слабыми силами Ван-дер-Ваальса и уложенных по принципу плотнейшей упаковки. Эта морфология и вид структуры свойственны кристаллам многих рудных месторождений.

Вместе с тем монокристаллы молибденита из кварцевой жилы могли слагаться из нескольких закономерно ориентированных пластинок, в некоторых из них могли находиться микровакуоли с нанокристаллами галита и сильвина (рис. 1а). Другие аналогичные пластинки слагались переслаивающимися однородными блоками и ламелями с включениями недиагностируемых (из-за малой массы) нанофаз (рис.1б). EDS спектры показали наличие в них: кремния, кислорода, хлора, кальция, калия и натрия. Эта неоднородность распределения примесей по зернам монокристалла свидетельствовала о том, что формирование данного кристалла происходило в различных условиях двух генераций.

В других кристаллах эти примесные элементы могли формировать контраст в виде двумерных плоских нановключений, возможно обусловленных интеркаляционным внедрением данных атомов или двумерной нанофазы.

Наряду с кристаллами многозернового строения, были обнаружены пластинчатый сросток кристаллов с гексагональной структурой и кристалла со структурой 3R политипа, в котором имелась 20%-ная примесь ламелей с гексагональной укладкой слоев MoS_6 призм (рис.2а).

Отдельные кристаллы молибденита содержали ряды полных винтовых с $b=[100]$ и $b=[010]$ непересекающихся дислокаций, расположенных на разной глубине.

Впервые было установлено, что кристаллы молибденита могут содержать ламели аморфной фазы MoS_2 (рис. 2б). Аморфные нанозерна дисульфида молибдена размером в несколько ангстрем также могли покрывать поверхность кристаллических пластинок. Эта нанофаза присутствовала также в виде

сферических включений среди кристаллических плоскостей вблизи поверхности пластинки [1].

Эти данные показали, что рост молибденита происходил в коллоидном гидротермальном растворе. Отличительной особенностью неклассической золь-гель кристаллизации как раз является то, что зарождение, рост и преобразование кристалла происходят одновременно.

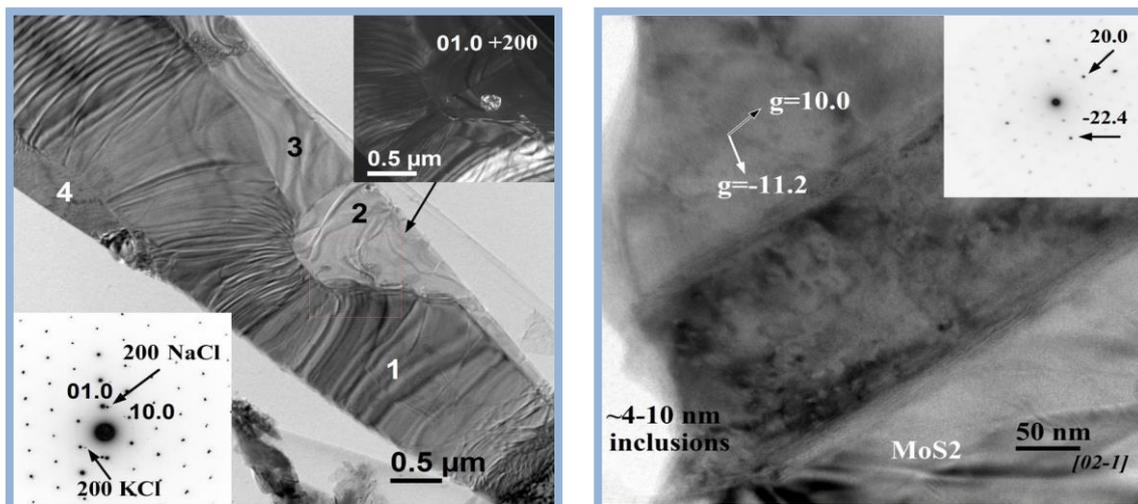


Рис. 1а, б. Монокристаллы гексагонального молибденита, слогаемые закономерно ориентированными блоками. А) изгибные контуры экстинкции и ряд винтовых дислокаций. В зерне 2 вакуоль с нанокристаллами галита. Б) Неоднородное распределение нановключений по смежным кристаллам.

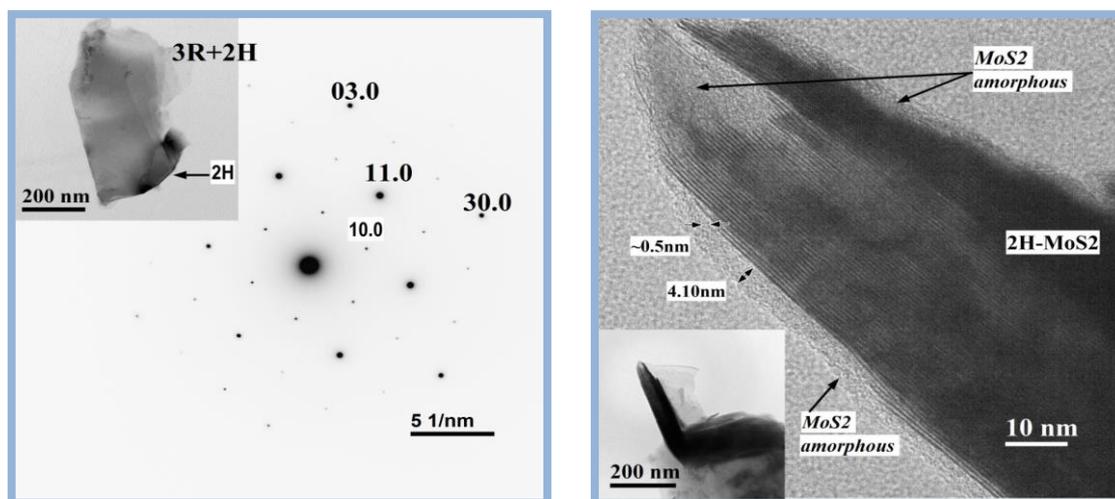


Рис. 2. А) Сросток кристаллов 2H- и 3R-политипов. Слабые рефлексы 100 и 200 обусловлены включениями ламелей 2H-политипа. Б) Аморфное покрытие из нанозерен диаметров $\approx 5 \text{ \AA}$ и включение аморфной фазы среди кристаллических плоскостей молибденита.

Работа выполнена в рамках темы «0136-2019-0010» Исследование состава и структуры минерального вещества высоколокальными методами.

Список литературы:[1] В.А. Коваленкер, Н.В.Трубкин, А.Д. Абрамова, О.Ю. Плотинская, Г.Д. Киселева, С.Е. Борисовский, Ю.И. Языкова, *Геология Рудных Месторождений*, т.60, №1, стр.68-90, 2018.

Секция 9.
Комплементарные (синхротронно-нейтронные и др.) методы

Разработка тест системы ингибиторов на основе мононуклеосомных наночастиц

Кошкина Д.О.¹, Малюченко Н.В.¹, Лыс А.А.¹, Студитский В.М.¹, Феофанов А.В.^{1,3}

1 Биологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова; 119234

2 Онкологический центр Фокс Чейз; США, Филадельфия, 19111

*3 Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН; 117997, *Email: koshdar@ro.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.10.36.054

Клеточный геном имеет свойство подвергаться разрушающим воздействиям окружающей среды и накапливать эти повреждения. Такие нарушения могут влиять на появление мутаций в клетке и образование опухолей. Для предотвращения подобных последствий существует клеточная защитная система генома, частью которой является белок поли-АДФ-рибозо-полимераза 1 (PARP-1). PARP-1 активно привлекает репарирующие агенты к месту повреждения через ПАР-илирование соответствующих белков, в том числе самого себя [1], [2]. Полимеры поли(АДФ) рибозы рекрутируют белки, содержащие ПАР-связывающие мотивы, что активирует репарацию ДНК. Это дает возможность клетке поддерживать стабильность генома [3]. Такая система защиты активно используется опухолевыми клетками для выживания. На данный момент ингибиторы PARP-1 являются одними из наиболее перспективных противоопухолевых наноагентов, клинические испытания которых проводились множество раз[4].

Целью данного исследования было получить систему детекции траппинга ингибиторами PARP-1 на примере олапариба.

Для разработки системы конструировали флуоресцентно-меченые матрицы ДНК, которые обеспечивали высокую эффективность фастеровского резонансного переноса энергии при сборке нуклеосомы. Благодаря этому можно оценивать структурные изменения, которые происходят в нуклеосоме при взаимодействии с PARP-1 и его ингибиторов. В исследовании использовали 2 основных метода: spFRET и EMSA. Первый метод дает возможность оценить наноструктурные изменения в нуклеосоме при воздействии различных факторов, второй - оценить комплексообразование нуклеосом с белками.

В данной работе была разработана система детекции активности траппинга ингибиторов PARP-1. В ней проводили тест Олапариба - ингибитора PARP-1, который получил разрешение к использованию в клинике от FDA[5]. При взаимодействии нуклеосомы и PARP-1 происходит образование комплекса, который дезорганизует коровую часть нуклеосомы, а при добавлении NAD+

просиходит диссоциация комплекса. Также было показано, но что в присутствии ингибитора олапариб не происходит диссоциация комплекса нуклеосома-парп1-над⁺, что подтверждает его способность к траппингу.

Полученная система детекции дает возможность определить как эффект траппинга, так и ингибирующую каталитическую активность тестируемых соединений. На её основе был показан эффект траппинга олапариба.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (проект № 17-54-33045)

Список литературы:

- [1] J.-F. Haince *и др.*, «PARP1-dependent Kinetics of Recruitment of MRE11 and NBS1 Proteins to Multiple DNA Damage Sites», *Journal of Biological Chemistry*, т. 283, вып. 2, сс. 1197–1208, янв. 2008, doi: 10.1074/jbc.M706734200.
- [2] C. Liu, A. Vyas, M. A. Kassab, A. K. Singh, и X. Yu, «The role of poly ADP-ribosylation in the first wave of DNA damage response», *Nucleic Acids Research*, т. 45, вып. 14, сс. 8129–8141, авг. 2017, doi: 10.1093/nar/gkx565.
- [3] J. Rajawat, N. Shukla, и D. P. Mishra, «Therapeutic Targeting of Poly(ADP-Ribose) Polymerase-1 (PARP1) in Cancer: Current Developments, Therapeutic Strategies, and Future Opportunities», *Medicinal Research Reviews*, т. 37, вып. 6, сс. 1461–1491, ноя. 2017, doi: 10.1002/med.21442.
- [4] C. J. Lord, A. N. J. Tutt, и A. Ashworth, «Synthetic Lethality and Cancer Therapy: Lessons Learned from the Development of PARP Inhibitors», *Annual Review of Medicine*, т. 66, вып. 1, сс. 455–470, янв. 2015, doi: 10.1146/annurev-med-050913-022545.
- [5] G. Kim *и др.*, «FDA Approval Summary: Olaparib Monotherapy in Patients with Deleterious Germline BRCA-Mutated Advanced Ovarian Cancer Treated with Three or More Lines of Chemotherapy», *Clinical Cancer Research*, т. 21, вып. 19, сс. 4257–4261, окт. 2015, doi: 10.1158/1078-0432.CCR-15-0887.

Изучение микроструктуры кластеров в гетеросистеме GaAs/In(As,Bi) комплексом рентгеновских и электронно-микроскопических методов

Лихачев И.А.¹, Трунькин И.Н.¹, Казаков И.П.², Лев Л.Л.³

¹НИИЦ «Курчатовский институт», 123183, Москва, пл. академика Курчатова, 1

²Физический институт РАН им. П.Н. Лебедева, 119991, Москва, Ленинский пр., 53

³Московский физико-технический институт (национальный университет), 141701, Московская область, г. Долгопрудный, Институтский пер., 9
e-mail: likhachev_ia@rrcki.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.34.25.055

Твёрдые растворы висмутидов, в которых небольшое количество Bi встроено в решётку соединений типа A3B5, в частности In(Ga)(As,Bi), обладают уникальными электрофизическими свойствами, такими как резкое уменьшение ширины запрещённой зоны E_g в зависимости от содержания висмута, аномально слабая зависимость величины E_g от температуры и гигантское, по величине достигающее E_g , спин-орбитальное расщепление [1]. Практическое использование этих структур сдерживается технологическими трудностями при их изготовлении из-за склонности висмут-содержащих материалов A3B5 к фазовому расслоению.

Серия образцов, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии и представляющих собой многослойные планарные гетерокомпозиции GaAs/In(As,Bi)/GaAs, содержащие тонкий слой In(As,Bi) как внутри матрицы GaAs, так и на её поверхности, изучались комплексом локальных (электронно-микроскопических) и интегральных (рентгеновских) методов структурной диагностики. Для сравнительных исследований использовались образцы, выращенные без Bi.

С помощью полученных комплексом методов данных был проанализирован механизм низкотемпературного роста структуры GaAs/In(As,Bi)/GaAs. Было определено, что релаксация напряжений в слое InAs, выращенного в присутствии потока атомов Bi, осуществляется путём его латеральной фрагментации с образованием островковой структуры. В ходе подобного процесса Bi проявляет себя как сурфактант, эффективно увеличивая характерное расстояние диффузии атомов In. Поэтому, несмотря на подавление диффузии в условиях низкотемпературного роста, влияние Bi приводит к образованию кластеров в слое InAs. Последующий рост слоя GaAs, проводившийся при температуре 550°C, носил характер эффективного отжига и приводил к вытягиванию атомов Bi из слоя InAs в кластеры In(Bi,As). Данные кластеры содержали как кристаллическую фазу In(As,Bi) со структурой цинковой обманки, так и тетрагональную фазу InBi, ранее в подобных образцах не наблюдавшуюся. С помощью данных рентгеновской дифрактометрии было установлено, что значение напряжения в слое, не содержащем атомы Bi, больше, чем в слое,

выращенном в присутствии потока атомов Вi. С помощью метода геометрической фазы были определены распределения напряжений в слоях In(As,Bi) и InBi и выявлено, что снижение напряжения кристаллической решётки слоя происходит из-за существенного понижения напряжений в окрестностях образовавшихся кластеров.

Помимо атомной структуры изучалось изменение электронной структуры тонких слоёв In(As,Bi) по сравнению со слоем InAs методом фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением в мягком диапазоне (SX-ARPES) при различных энергиях падающих фотонов. С помощью данной методики изучался специально приготовленный верхний слой In(As,Bi) на поверхности образца. Было обнаружено связанное с наличием висмута состояние в валентной зоне, характеризующееся энергией связи $E_b \sim -3$ эВ.

Таким образом, было показано, что внедрение атомов Вi при низкотемпературном росте слоёв In(As,Bi) ведёт к изменениям атомной и электронной структуры тонких слоёв In(As,Bi) и позволяет манипулировать соответствующими свойствами приборных наноструктур.

Работа выполнена при частичной поддержке фонда РФФИ (грант № 18-02-00842).

Список литературы:

- [1] L. Wang, et al., *Crystals*, **7(3)**, 63 (2017).
- [2] I. Likhachev, et al., *Journal of Materials Research*, **33**, 2342-2349 (2018).

О физических закономерностях самосборки уникальной пространственной структуры линейных биополимеров (белков)

Шайтан К.В.

Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова

e-mail: shaytan49@ya.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.41.15.056

Проблема происхождения пространственных форм и динамика самосборки четко воспроизводимых уникальных 3D-структур линейных биополимеров (в частности, белков) активно обсуждается более полувека. Накоплен достаточно большой экспериментальный материал и обнаружен ряд закономерностей, которые нуждаются в осмыслении и построении физической теории процесса самосборки 3D-структуры линейных биополимеров, которые играют ключевую роль в формировании и функционировании живых систем. Понимание механизмов самосборки 3D-структуры (фолдинга), развитие соответствующего математического аппарата и развитие суперкомпьютерной техники в перспективе способно привести к эффективным численным методам предсказания результатов фолдинга и пространственной структуры биополимеров в реальных условиях. Это позволило бы рутинные задачи структурной биологии перенести на цифровую платформу и сосредоточить мощные экспериментальные методы на изучении особенностей структурных изменений при функциональных процессах. Эта часть проблемы существенно более сложная, чем просто определение равновесной (или квазиравновесной) пространственной структуры биополимера. Дело в том, что в функциональных процессах обычно также задействованы и электронные степени свободы, что предъявляет даже в обозримом будущем слишком серьезные требования к вычислительной технике. Поэтому для развития науки в этой области будет очень важно сочетание экспериментальной информации о деталях электронных и атомных перестроек (получаемых, например, с использованием рентгеновских лазеров на свободных электронах) с развитием теоретических и компьютерных подходов и моделей.

На данный момент важной и не решенной проблемой является корректное описание энергетических поверхностей биополимеров, установление их связи с химической структурой макромолекул. Имеется большое число различных силовых полей, основанных на суммировании парных взаимодействий, каждое из которых параметризовано для относительно узкого класса молекулярных структур и хорошо работает вблизи равновесных конфигураций. Однако, процесс самосборки 3D-структуры биополимеров осуществляется из сильно неравновесных конфигураций и необходимо иметь более общие подходы для описания и параметризации энергетических поверхностей.

В работе предлагается новый подход к описанию энергетических поверхностей линейных полимеров, который основан на последовательном

математическом рассмотрении свойств многомерных поверхностей, заданных на пространстве конфигураций (конформаций) макромолекулярной цепи. Конфигурационное пространство линейного полимера задается топологическим произведением окружностей, которые соответствуют поворотам вокруг одинарных связей по торсионным углам. То есть топология конфигурационного пространства линейного полимера есть многомерный тор. Эта, на первый взгляд, «мелочь» при последовательном рассмотрении свойств функций, заданных на гиперторе очень большой размерности, оказывает принципиальное влияние на свойства энергетических поверхностей и динамику фолдинга.

В работе развивается асимптотическая теория строения энергетических поверхностей, которые заданы на торах очень большой размерности. Показано, что разумные физические требования к устройству функций, заданных на гиперторе приводят к целому ряду важных свойств энергетических поверхностей линейных биополимеров и выводам, которые находятся в согласии с большим числом имеющихся экспериментальных данных:

- существование уникальной пространственной структуры (единственного глобального минимума на энергетической поверхности) требует наличия хиральных элементов в макромолекулярной цепи;

- строение энергетической поверхности биополимеров с уникальной пространственной структурой имеет вид воронки;

- для входа в устье энергетической воронки необходимо преодолеть энтропийный барьер (вулканообразный профиль поверхности свободной энергии);

- симметрия энергетической поверхности относительно перестановки в цепи одинаковых мономерных звеньев (например, аминокислотных остатков) приводит к разделению энергетической воронки на области (бассейны), которые отделены друг от друга относительно высокими энергетическими барьерами. При этом имеется наиболее глубокая центральная воронка и сателлитные менее глубокие воронки. Это приводит к тому, что при мягкой денатурации в растворе белковая цепь остается в пределах центральной воронки и может свернуться назад в ту же конфигурацию, а при растягивании цепи атомно-силовым микроскопом конфигурация цепи переходит в область сателлитной воронки и обратный фолдинг оказывается невозможным. Это обстоятельство указывает и на значимость начальной конфигурации цепи, получаемой при биосинтезе;

- динамика процесса фолдинга на многомерных энергетических поверхностях организована по определенным правилам, которые в растворе (вязкой среде) запрещают репрезентативной точке использовать траектории, на которых происходит резкое изменение потенциальной энергии по относительно небольшому числу степеней свободы. Это позволяет траектории репрезентативной точке не запутаться при движении в глобальный минимум и снимает парадокс Левинталя.

Данная работа поддержана РФФИ, гранты №18-02-40010мега (строение энергетической воронки), №18-504-12045 (динамика фолдинга).

Применение малоуглового рентгеновского рассеяния в биомедицинских исследованиях для характеристики гибридных нанобиоструктур типа «ядро-оболочка»

Шестопалова М.С.^{1,2}, Васкан И.С.^{1,4}, Залыгин А.В.^{1,5}, Штыкова Э.В.³, Корчагина Е.Ю.¹, Бовин Н.В.¹, Олейников В.А.^{1,2}

¹Институт биоорганической химии имени М. М. Шемякина и Ю. А. Овчинникова РАН, Москва

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва

³Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва

⁴Московский физико-технический институт (МФТИ), Москва

⁵Московский педагогический государственный университет, Москва

e-mail: shestopalova.milena@icloud.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.47.62.057

В последние годы исследования в области нанотехнологий обнаружили потенциал их применения в медицине. Изучение структуры и свойств наночастиц позволяет разрабатывать эффективные системы доставки лекарств для лечения тяжелых заболеваний. Одной из наиболее перспективных платформ для создания таких препаратов являются наноструктуры типа «ядро-оболочка». Для оценки возможности применения каких-либо новых наночастиц в качестве потенциальных направленных систем доставки лекарств необходимо определить их основные структурные свойства, к которым относятся форма, размер, распределение размеров, внутреннее строение, поверхностные свойства, число агрегации (для амфифильных соединений, самособирающихся в растворе). В этой связи, малоугловое рентгеновское рассеяние является одним из немногих методов, позволяющий с одной стороны, дать полную структурную характеристику исследуемых наночастиц в диапазоне 1-100 нм, а с другой позволяет исследовать образец в физиологических условиях, что является решающим преимуществом при исследовании биологических объектов.

В предыдущей работе мы показали [1], что метод МУРР может успешно применяться для структурной характеристики биосовместимых наночастиц, самособирающихся из мультивалентными амфифильными гибридными молекулами, состоящих из фосфолипидной, олигопептидной и сахаридной частей. В частности, было выявлено что данные наночастицы представляют собой структуры типа «ядро-оболочка» и имеют размер в диапазоне 10-12 нм, что позволяет рассматривать их в качестве потенциальных наноконтейнеров для разработки систем доставки лекарств.

В процессе разработки систем доставки лекарств необходимым этапом являются структурные исследования загрузки наночастиц терапевтическими препаратами, с последующей оптимизацией структуры наночастиц для получения наноконтейнеров с максимальной емкостью. В данной работе мы применили метод МУРР для изучения структурных аспектов взаимодействия наночастиц типа «ядро-оболочка» с цитостатическими препаратами – доксорубицином и рубомицином и влияния плотности олигопептидной части молекул на строение и емкость наночастиц, что позволило оптимизировать структуру наночастиц для достижения наибольшей емкости. Для верификации структурных данных использовался метод атомно-силовой микроскопии, который подтвердил форму и размеры наночастиц. Таким образом, данная работа демонстрирует возможности метода МУРР в биомедицинских исследованиях.

Данная работа была поддержана РФФИ проект 17-00-00394 комфи

Список литературы:

[1] Vaskan, I. S., Solovyeva, D. O., Chistyakov, A. A., Efremov, R. G., Volynsky, P. E., Shtykova, E. V., ... & Oleinikov, V. A. Neoglycolipids Micelle-like Structures as a Basis for Drug Delivery Systems. *KnE Energy*, 3(2), 519-527, (2018).

Катодолюминесценция структур на основе алюминия и оксида алюминия после обработки в азотной плазме в открытой атмосфере

Муслимов А.Э.¹, Каневский В.М.¹, Гаджиев М.Х.²

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

² Объединенный институт высоких температур РАН, 125412, Москва, Россия
e-mail: amuslimov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.53.34.074

Научно-технический прогресс в первую очередь связан с применением новых керамических и композиционных материалов, способных выдерживать высокие температуры и работать в агрессивных средах. Одними из таких материалов являются соединения типа AlN_xO_y , так называемые оксинитриды алюминия, которые применяются как в качестве подложек для полупроводниковых интегральных микросхем, так и прозрачной брони, огнеупорной керамики, гемосовместимых стенов. На наш взгляд, наиболее оптимальным способом формирования оксинитридов металлов, в частности алюминия, является использование азотной плазмы в открытой атмосфере. В работе представлены первые экспериментальные результаты полученные в этом направлении. В качестве источника низкотемпературной высокоэнтальпийной плазмы использовался плазматрон с расширяющимся каналом выходного электрода, генерирующий на выходе слабо расходящуюся плазменную струю азота. В качестве образцов использовались пленки алюминия на сапфире, пластинка поликора и керамика AlN , в качестве тестового образца. В качестве метода исследования образцов использовался люминесцентный анализ. Возбуждалась катодолюминесценция (КЛ) потоком быстрых электронов.

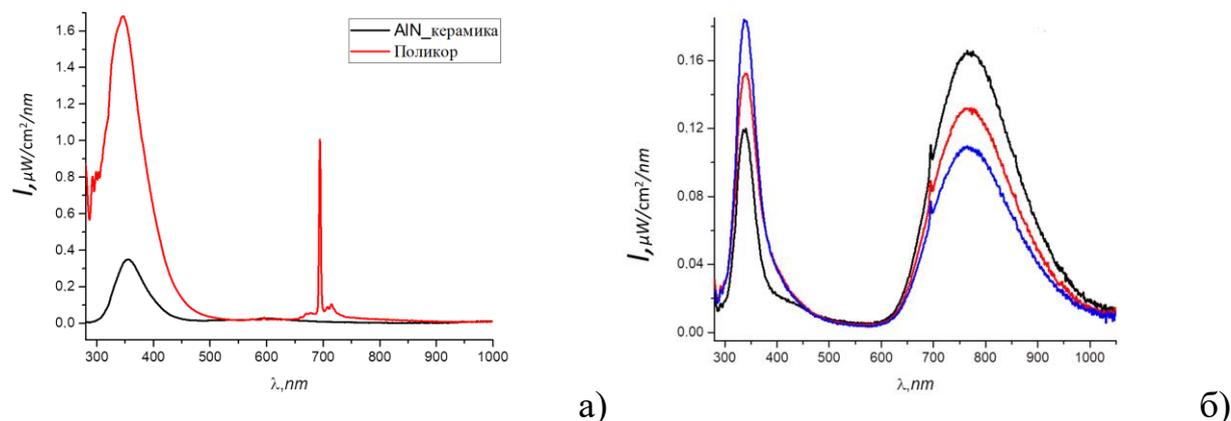


Рис.1. Спектры КЛ поликора, керамики AlN (а) и пленок алюминия на сапфире (б) после обработки в азотной плазме в открытой атмосфере. Спектры КЛ пленки алюминия после плазменной обработки сняты в трех различных областях образца.

В спектральной зависимости КЛ тестовых образцов керамики AlN (рис.1а) наблюдается только характерная полоса с максимумом при 351 нм, не имеющая однозначной трактовки: ее связывают как с V_N , так и с дефектами типа O_N и комплексами на их основе. В спектре КЛ поликора (рис.1а) после обработки в

азотной плазме в открытой атмосфере наблюдается интенсивная полоса в ультрафиолетовой области, узкий пик при 697 нм и широкая полоса в области 650-800 нм. Пик при 697 нм и широкая полоса в этой области связаны с традиционно присутствующей в шихте оксида алюминия примесью Cr, Ti. Эти же полосы присутствуют в пленке алюминия после плазменной обработки (рис.1б). Обращает на себя внимание высокая интенсивность пика при 697 нм в образце поликора вероятно связанная с о значительной концентрации Cr в исходной шихте. В литературе имеются данные о линейной зависимости интенсивности рентгеновской флуоресценции от концентрации ионов хрома, свидетельствующая об отсутствии матричных эффектов в исследованном диапазоне концентраций Cr³⁺.

Полоса в ультрафиолетовой области образца поликора (рис.1а) имеет сложную структуру. Разложение на составляющие можно выделить две полосы с максимума при 334 нм и 351 нм. Первая полоса, вероятно, связана с присутствием F⁺ центров (вакансия кислорода захватившая один электрон) в оксидах алюминия. Известно, что при электронном возбуждении люминесценции в структурах на основе оксида алюминия наблюдаются центры окраски типа F (вакансия кислорода захватившая два электрона) и F⁺ центров, однако F центры быстро подавляются благодаря рекомбинации по правилу $F + h \rightarrow (F^+) * \rightarrow F^+ + h\nu$. Полоса с максимумом при 351 нм совпадает с аналогичной полосой в спектре КЛ керамики AlN и вероятно связана с рекомбинацией на дефектах в микровключениях нитрида алюминия образующихся в поликоре в процессе воздействия азотной плазмы. Интенсивность люминесценции F⁺ центров в спектре КЛ поликора после плазменной обработки, в сравнении с исходным образцом возростала многократно (в 6-8 раз), что свидетельствует об интенсивной десорбции кислорода. В ультрафиолетовой области спектра КЛ (рис.1б) пленок алюминия на сапфире в процессе плазменной обработки в основном присутствовала полос с максимумом при 334 нм. В некоторых областях образца также фиксировалась полоса с максимумом при 450 нм. Обработка в открытой атмосфере приводит к преимущественному формированию оксида алюминия. В условиях избытка алюминия присутствие интенсивной полосы свечения связанной с F⁺ центрами вполне закономерно. Однако полоса с максимумом при 450 нм связана с комплексами дефектов на основе O_N в нитриде алюминия. Вероятно, в образце после плазменной обработки помимо основной фазы оксида алюминия присутствуют микровключения нитрида алюминия. Эти результаты свидетельствуют также о неоднородности плазменной обработки.

В работе приведены результаты первых экспериментов по формированию оксинитридов алюминия с использованием азотной плазмы в открытой атмосфере.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 20-08-00598а).

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ

С

Calarco R., 104
Chezganov D.S., 188

N

Nuraeva A.S., 188

P

Pashnina E.A., 188

S

Shur V.Ya., 188

T

Turygin A.P., 188

V

Vlasov E.O., 188

Z

Zallo E., 104

A

Авилов А.С., 89
Агеев О.А., 156
Алехова Т.А., 93
Алиев Л.П., 68
Аллаяров Р.С., 148
Аникьева А.Э., 129
Ансович А.В., 23
Антонов А.С., 168, 177
Аристов В.Ю., 37
Аристова И.М., 37
Аронин А.С., 139, 176
Артамонов М.А., 112
Артемов В.В., 96
Архарова Н.А., 25, 118
Асваров А.Ш., 166
Астаркин С.В., 237
Атанова А.В., 19
Афанасьев М.С., 168

Б

Байбеков И.М., 135, 141

Балицкий В.С., 201
Барабан А.П., 129
Барайшук С.М., 120
Баран Л.В., 26
Баскаков Е.Б., 96
Башаров А.А., 93
Бедин С.А., 73
Бобровский А.Ю., 150
Бовин Н.В., 248
Боднарчук Я.В., 183
Божко С.И., 176
Болотин К., 39
Болотина Н.Б., 110
Бондаренко В.И., 110
Бондаренко Г.Г., 73
Боргардт Н.И., 32, 83, 104,
194, 196
Бубликова Т.М., 201
Бутаев А.Х., 135, 141

В

Валеева А.Р., 28
Валиев Х.Х., 158
Варламов Д.А., 213
Вартанян Т.А., 133
Васильев А.Л., 110, 112, 132
Васильев С.Г., 174
Васильева Е.А., 127
Васкан И.С., 248
Вергелес П.С., 81
Вилков Е.А., 36
Волк Т.Р., 183
Волков В.Т., 64
Волков П.А., 30
Волков Р.Л., 32
Воротиллов К.А., 19
Вывенко О.Ф., 39, 129
Вылегжанина М.Э., 162

Г

Гаврилин И.М., 32
Гаврилов С.А., 32
Гагарин А.Г., 24
Гаджиев М.Х., 152, 250
Гайдуков П.Г., 219
Гайнутдинов Р.В., 146, 149,
154, 181, 183
Гасанов Н.Г., 68, 70
Глазунова В.А., 123
Гогина О.А., 39

Годжаев Э.М., 160
Гонсалес И., 164
Гонсалес Л., 164
Горлова И.Г., 110
Горностаева Т.А., 209, 215,
217
Грачев В.И., 137
Гременок В.Ф., 120
Грешников Э.А., 219
Григорьев Е.А., 129
Губанова Г.Н., 162
Гурьянов Д.А., 34
Гусев С.А., 75
Гусейнов Ш.Ф., 174

Д

Давлектильдиев Н.А., 166
Денисов С.А., 24
Долганов А.В., 99
Долуденко И.М., 73, 166
Досовицкий А.Е., 30
Досовицкий Г.А., 30
Дрозденко А.А., 139, 176
Дронов А.А., 32
Дубровина О.А., 125

Е

Емелин Е.В., 198
Емельченко Г.А., 91
Еременко В.Г., 164
Ерохина Н.С., 36

Ж

Жигалина О.М., 19, 166
Жохов А.А., 91
Журавлева Т.С., 172

З

Завьялов С.А., 172
Загорский Д.Л., 36, 73, 166
Загустина Н.А., 93
Зайцева Ю.С., 104
Закирьянов И.Г., 237
Зальгин А.В., 248
Зверькова И.И., 91
Зотов О.Г., 114
Зубкова Т.В., 125

И

Иванов Д.В., 168
Иванов И.Н., 166
Иванова О.П., 172
Ильина Т.С., 170
Иржак Д.В., 77, 101
Исмаилов А.М., 152

К

Кабачков Е.Н., 87
Казаков И.П., 83, 244
Калашников К.Н., 34
Калева Г.М., 170
Калинин И.А., 41
Камышинский Р.А., 132, 203
Каневский В.М., 36, 152, 250
Канныкин С.В., 43, 45
Карабулин А.В., 106
Каримов Д.Н., 25
Карнет Ю.Н., 158
Карпенков А.Ю., 177
Карпинский В.В., 205
Карпюк П.В., 30
Карташев В.П., 141
Карташов П.М., 217
Кашевич И.Ф., 149
Кийко В.М., 47, 49, 51, 52, 56,
58
Кириленко Д.А., 95
Киселев Д.А., 77, 170
Кислюк А.М., 170
Климин В.С., 156
Князев М.А., 101, 186, 190
Ковальский В.А., 77
Ковальчук А.В., 54
Ковальчук С., 39
Ковешников С.В., 186, 190
Козакова О.В., 237
Кокатев А.Н., 116, 174
Колосов В. Ю., 21
Комова А.В., 203
Коморников В.А., 146
Кононенко О.В., 64
Кононова С.В., 162
Коплак О.В., 148
Коржик М.В., 30
Коржов В.П., 51, 56, 58
Корнев Ю.В., 158
Корчагина Е.Ю., 248
Котляр К.П., 95
Котова Н.М., 19
Коханчик Л.С., 198
Кошкина Д.О., 242

Кравец Л.И., 181
Крайнова Г.С., 23
Криничная Е.П., 172
Крисько О.В., 60
Ксенофонтов Д.А., 213
Кудаева Ш.С., 207
Кузнецов П.А., 72
Кузнецов Р.А., 221
Кузнецова Д.Е., 30
Кузнецова Ю.В., 177
Кузьмин В.А., 225, 231, 233
Кукин В.Н., 83
Куланчиков Ю.О., 81
Кулинич В.И., 62
Куницына Е.И., 148
Курлов В.Н., 51, 52
Курявый В.Г., 116
Кушнир С.Е., 192
Кязимова А.И., 68

Л

Ларионов Ю.В., 143
Лашкова А.К., 149
Лев Л.Л., 244
Левин Э.Е., 118
Левицкий И.А., 205
Леонов Н.Б., 133
Лихачев И.А., 244
Лукиянчук И.В., 116
Лыс А.А., 242
Лютова Е.Н., 99
Лялько Е.С., 62
Ляхова М.Б., 177

М

Макарова И.П., 146, 154
Макшаков А.С., 223
Малахов С.Н., 219
Мальшкина И.А., 146
Малюченко Н.В., 242
Марголин Б.З., 127
Марголин В.И., 137
Мардонов Ж.Н., 135, 141
Масалов В.М., 91
Матвеев В.Н., 64
Матюшенко В.И., 106
Мельникова А.А., 203
Мехрабова М.А., 68, 70
Минеев М.Н., 24
Мирончук Б.С., 139, 176
Митина А.А., 85
Михайлов М.С., 72, 127
Михайловский В.Ю., 75

Михеев Н.Н., 66
Михуткин А.А., 235
Мишкин В.П., 99
Молодцова О.В., 37
Моргунов Р.Б., 148
Мотылева С.М., 125
Мохов А.В., 209, 215, 217
Муслимов А.Э., 152, 250
Мякин С.В., 108

Н

Назаров А.М., 68, 70, 160
Намсараев З.Б., 203
Напольский К.С., 41, 192
Наумов А.П., 101
Некрасов А.Н., 51, 52, 56,
201
Николайчик В.И., 106
Нищев К.Н., 99
Новожилова Т.Ю., 93
Нуриев И.Р., 68, 70

О

Овчаров А.В., 112, 211
Овчинникова Н.С., 205
Озерин Ю.В., 143
Олейников В.А., 248
Орехов А.С., 25, 118

П

Павлов Д.А., 24
Панас А.И., 36
Панов Д.В., 73
Папко Л.Ф., 205
Пахунов А.С., 211, 213, 219
Пацаев Т.Д., 132
Першина Е.А., 139
Петржик Е.А., 149
Петров С.Н., 72, 114, 127
Петров Ю.В., 39, 75, 129
Пиженин Д.Г., 52
Плотников А.Д., 93
Плотников В.С., 23
Плутахина Е.Ю., 207
Подорожный О.В., 196
Политова Е.Д., 170
Полищук В.А., 108, 133
Потапов А.А., 137
Поторочин Д.В., 37
Преснякова Н.Н., 219
Привезенцев В.В., 77
Приходько А.С., 83, 104, 194

Пронин В.П., 28
Пуголовкин Л.В., 118
Пуха В.Е., 87

Р

Разгулина О.В., 221
Редькин А.Н., 85
Резван А.А., 156
Решетников М.В., 237
Рогачев А.А., 181
Рожавская М.М., 95
Романовская Е.В., 168
Росляков И.В., 41, 192
Руденко А.П., 203
Румянцев А.В., 194, 196
Рыбалко В.В., 62
Рыбчук А.П., 209, 215, 217
Рябцев С.В., 45

С

Савчук Т.П., 32
Садовская Н.В., 89
Садыгов Р.М., 68, 70
Сазонов В.А., 83
Салимов В.В., 160
Салько А.Е., 89
Сапегин Д.А., 162
Сапожников М.В., 75
Саполетова Н.А., 192
Светогоров Р.Д., 211
Свинцов А.А., 198
Сдобняков Н.Ю., 168, 177
Седловец Д.М., 186
Селезнева Е.В., 146, 154
Семенов Н.А., 158
Семёнова А.А., 108
Семенова Е.М., 168, 177
Сенин Р.А., 211
Сергеев А.П., 77
Сергиенко Е.С., 205
Серегин Д.С., 19
Сеткова Т.В., 201
Сивцов А.В., 239
Силонов В.М., 60
Синельников А.А., 43, 45
Синицына О.В., 150
Синкевич А.И., 177
Сироткин В.В., 198

Скоробогатова Т.В., 60
Созонтов Е.А., 219
Соколов В.Н., 221
Соколов Д.В., 166
Соколов Л.В., 79
Солдатенко С.А., 43, 45
Солтанович О.А., 186
Сохович Е.В., 108
Станчик А.В., 120
Старицын М.В., 28, 72
Старков В.В., 101
Степанов М.Е., 106
Степанова К.В., 116, 174
Стрелов В.И., 96
Стрюков Д.О., 52
Студитский В.М., 242
Сухина Н.С., 91
Сушков А.А., 24
Сычёв М.М., 108

Т

Татаринев В.В., 223
Татарский Д.А., 75
Терещенко А.Н., 77
Ткачев В.В., 23
Толстихина А.Л., 146, 149,
154
Томаев В.В., 108, 133
Томинов Р.В., 156
Трубкин Н.В., 239
Трунькин И.Н., 110, 112, 244
Тупик В.А., 137
Тюфтяев А.С., 152

Ф

Фараджев Н.В., 70
Фарзалиев С.С., 70
Федорец А.Н., 23
Федотов М.И., 190
Феофанов А.В., 242
Фортуна С.В., 34
Фролов А.М., 23

Х

Хайдуков Е.В., 25
Харитонский П.В., 205
Хмеленин Д.Н., 19, 166

Ходос И.И., 37, 64, 87, 106

Ч

Чалков В.Ю., 24
Черкасов Д.А., 36, 166
Чернов М.С., 221
Чертова И.А., 62
Чесноков Ю.М., 110
Чигарев С.С., 36
Чувиллин А.Л., 75
Чумаевский А.В., 34
Чумак В.А., 120

Ш

Шабаров Д.Е., 99
Шайган К.В., 246
Шакиров И.В., 72
Шаповал С.Ю., 54
Шаров Т.В., 39
Шёлковая Т.В., 120
Шемченко Е.И., 123
Шенгуров В.Г., 24
Шестопалова М.С., 248
Шибяев В.П., 150
Шикинов С.Л., 52
Шкорняков С. М., 98
Штыкова Э.В., 248
Шульга А.М., 116
Шумко А.М., 114
Шут В.Н., 149
Шушунов М.Н., 211

Ю

Юмашев О.Б., 158
Юрковец Д.И., 221

Я

Якимов Е.Б., 81, 131
Якимов Е.Е., 85
Яковец А.А., 123
Яковлева Н.М., 116, 174
Яминский И.В., 150
Янсон С.Ю., 205
Ярмоленко М.А., 181

ISBN 978-5-6045073-3-9



9 785604 507339