

6-ая ШКОЛА
«МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ В
НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И НАНОИНДУСТРИИ»

4 - 7 ИЮНЯ 2013 г.
Екатеринбург





СОДЕРЖАНИЕ

Общая информация о школе	4
Информация об организаторах	6
Программа школы	7
Тезисы лекций и устных докладов	14
Тезисы стендовых докладов	47
Информация об участниках выставки	66



ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ О 6-ОЙ ШКОЛЕ «МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И НАНОИНДУСТРИИ»

Организаторы

ФОНД ИНФРАСТРУКТУРНЫХ И ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ПРОГРАММ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ Б.Н. ЕЛЬЦИНА

При участии

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР РОСНАНО

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ

ИНСТИТУТ ЭЛЕКТРОФИЗИКИ УрО РАН

Цель школы

Школа является коммуникационной и образовательной площадкой, направленной на обсуждение актуальных проблем и повышение квалификации специалистов компаний наноиндустрии, регулирующих органов, центров коллективного пользования, испытательных центров и лабораторий в области метрологического обеспечения производств, испытаний и сертификации продукции наноиндустрии и стандартизации.

Тематика школы

- Российская и международная практика в области метрологии, сертификации и стандартизации продукции наноиндустрии. Нормативное и методическое обеспечение наноиндустрии РФ.
- Вопросы прикладной метрологии в наноиндустрии: разработка и применение методов и средств измерений в производственных процессах и контроле качества продукции.
- Характеризация перспективных наноматериалов и наноструктур разных типов современными методами измерений.



ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

Свинаренко А.Г.	сопредседатель, Фонд инфраструктурных и образовательных программ
Кокшаров В.А.	сопредседатель, Уральский федеральный университет
Иванов В.В.	Метрологический центр РОСНАНО
Богач С.В.	Метрологический центр РОСНАНО
Ткачук Ю.Г.	Фонд инфраструктурных и образовательных программ
Чолах С.О.	Уральский федеральный университет
Шунайлов Е.А.	Институт электрофизики УрО РАН
Сухарев В.С.	секретарь, Метрологический центр РОСНАНО

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Иванов В.В.	сопредседатель, Метрологический центр РОСНАНО
Булыгин Ф.В.	сопредседатель, Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Мушников Н.В.	сопредседатель, Уральское отделение РАН
Алымов М.И.	Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН
Бредихин С.И.	Институт физики твердого тела РАН
Бухтияров В.И.	Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
Васильев А.Л.	НИЦ «Курчатовский институт»
Голубев С.С.	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Калюжный С.В.	ОАО «РОСНАНО»
Кашкаров П.К.	НИЦ «Курчатовский институт»
Киселев Н.А.	Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН
Кортов В.С.	Уральский федеральный университет
Крутиков В.Н.	ФГУП «ВНИИОФИ»
Латышев А.В.	Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН
Лахов В.М.	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Левашов Е.А.	НИТУ «МИСиС»
Медведевских С.В.	ФГУП «УНИИМ»
Озерин А.Н.	Институт синтетических полимерных материалов РАН
Окрепилов В.В.	ФГУ «Тест – С.-Петербург»
Попов А.А.	Уральский федеральный университет
Пушин В.Г.	Институт физики металлов УрО РАН
Ремпель А.А.	Институт химии твердого тела УрО РАН
Ринкевич А.Б.	Институт физики металлов УрО РАН
Рычков В.Н.	Уральский федеральный университет
Ткачук Ю.Г.	Фонд инфраструктурных и образовательных программ
Тодуа П.А.	Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума
Чолах С.О.	Уральский федеральный университет
Шпак В.Г.	Институт электрофизики УрО РАН



ФОНД ИНФРАСТРУКТУРНЫХ И ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ПРОГРАММ

Фонд инфраструктурных и образовательных программ создан на основании Федерального закона «О реорганизации Российской корпорации нанотехнологий» от 27.07.2010 №211-ФЗ. Целью деятельности Фонда является развитие инфраструктуры в сфере нанотехнологий, включая реализацию уже начатых РОСНАНО образовательных и инфраструктурных программ.

Деятельность Фонда направлена на поддержку и развитие всех российских предприятий наноиндустрии, в том числе и не являющихся проектными компаниями РОСНАНО.

Основные направления деятельности:

- Развитие технологической инфраструктуры
- Стандартизация и сертификация
- Развитие кадрового потенциала
- Метрология
- Стимулирование спроса
- Законодательство
- Популяризация высоких технологий и конгрессно-выставочная деятельность

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

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

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

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

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

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

Коллегиальным совещательным органом является Коллегия Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, совещательно-консультативным коллегиальным органом при Федеральном агентстве является Общественный совет по стандартизации и оценке соответствия.



ПРОГРАММА 6-ой ШКОЛЫ «МЕТРОЛОГИЯ И
СТАНДАРТИЗАЦИЯ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И
НАНОИНДУСТРИИ»

Вторник **4 июня**

8.30	Открытие регистрации участников в ФТИ УрФУ (Екатеринбург, ул. Мира, 21)
9.30 – 10.00	Открытие школы
Сессия 1	Председатели: чл.-корр. РАН В.В. Иванов, проф. В.А. Быков
10.00 – 10.35	Л1. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ИСПЫТАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ В ЦКП ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН Ринкевич Анатолий Брониславович (д.ф.-м.н., заместитель директора по научной работе, Институт физики металлов УРО РАН, Екатеринбург)
10.35 – 11.10	Л2. НОВЫЕ МЕТОДЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И СТРУКТУР Быков Виктор Александрович (профессор, зам. директора по научной работе, ФГУП НИИ Физических проблем им. Ф.В.Лукина, Москва)
11.10 – 11.30	Кофе-брейк, выставка
11.30 – 12.05	Л3. НАНОМЕТРОЛОГИЯ – КЛЮЧЕВОЙ АСПЕКТ РАЗВИТИЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ Гавриленко Валерий Петрович (профессор, зам. ген. директора по научной работе, НИЦПВ, Москва)
12.05 – 12.40	Л4. РАЗРАБОТКИ В ОБЛАСТИ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОМАТЕРИАЛОВ В ЦКП «НАНОСТРУКТУРЫ» Латышев Александр Васильевич (чл.-корр. РАН, зам. директора ИФП СО РАН, Новосибирск)
12.40 – 12.55	Д5. О ВОЗМОЖНОСТИ ДОСТИЖЕНИЯ СУБНАНОМЕТРОВЫХ ЗНАЧЕНИЙ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ПРИ ИЗМЕРЕНИЯХ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ СКАНИРУЮЩИМ ЗОНДОВЫМ МИКРОСКОПОМ Гоголинский Кирилл Валерьевич (в.н.с., к.т.н., ФГБНУ ТИСНУМ, Москва, г. Троицк)

12.55 – 14.40	ЭКСКУРСИЯ В НОЦ «НАНОТЕХНОЛОГИИ» УрФУ проф. Кортон Всеволод Семенович д.ф.-м.н. Вайнштейн Илья Александрович
12.55 – 14.40	Обед
Сессия 2	Председатели: чл.-корр. РАН А.В. Латышев, проф. В.П. Гавриленко
14.40 – 15.15	Л7. ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВА ПЕРСПЕКТИВНЫХ ПОРОШКОВЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ Алымов Михаил Иванович (чл.-корр. РАН, директор ИСМАН, Черноголовка)
15.15 – 15.50	Л8. СВЕРХРАЗРЕШЕНИЕ В ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ АНАЛИЗЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОБЪЕКТОВ Левин Геннадий Генрихович (д.т.н., профессор, руководитель НИО «Голографии и оптической томографии» ВНИИОФИ, Москва)
15.50 – 16.25	Л9. CHARACTERIZATION OF DISPERSIONS STABILITY AND CONTROL OF DISPERSIBILITY. APPLICATIONS OF ANALYTICAL CENTRIFUGATION Dietmar Lerche (Professor, LUM GmbH, Германия)
16.25 – 16.40	Д10. ПРИМЕНЕНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРОАКУСТИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ Лошкарев Александр Александрович (ведущий эксперт, Метрологический центр РОСНАНО, Москва)
16.40 – 19.00	СТЕНДОВАЯ СЕССИЯ



Среда

5 июня

Сессия 3

Председатели: проф. Г.Г. Левин,
чл.-корр. РАН А.А. Ремпель

9.30 – 10.05

Л11. ОСОБЕННОСТИ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ EXAFS НАНОЧАСТИЦ В ОБЛАСТИ РАЗМЕРОВ 1-10 нм.
Кочубей Дмитрий Иванович
(д.ф.-м.н., зав. лабораторией, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск)

10.05 – 10.40

Л12. ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДАМИ МАЛОУГЛОВОГО И ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ
Ремпель Андрей Андреевич
(чл.-корр. РАН, зав. лабораторией нестехиометрических соединений Института химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург)

10.40 – 11.00

Д13. МЕТРОЛОГИЯ И ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТИ
Светличный Валерий Анатольевич
(к. ф.-м. н., зав. лабораторией, Томский государственный университет, Томск)

11.00-11.15

Д14. РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДИАМЕТРА НАНОЧАСТИЦ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ДИОКСИДА ТИТАНА, ДИОКСИДА КРЕМНИЯ И ОКСИДА ЦИНКА
Лизунова Анна Александровна
(Метрологический центр РОСНАНО, Москва)

11.15 – 11.35

Кофе-брейк, выставка

11.35 – 12.10

Л15. ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИНФОРМАТИВНОСТИ И КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В ФЛУОРОМЕТРИИ
Левин Александр Давидович
(д.т.н., ФГУП "ВНИИОФИ", Москва)

12.10 – 12.40

Л16. АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ИНИЦИАТИВЫ РОССИИ
Крутиков Владимир Николаевич
(д.т.н., директор ФГУП "ВНИИОФИ", Москва)
Андрюшечкин Сергей Евгеньевич
(к.т.н., помощник директора, ФГУП "ВНИИОФИ", Москва)

12.40 – 13.10

Л17. ОЦЕНКА РИСКА И СЕРТИФИКАЦИЯ ВЕЩЕСТВ, МАТЕРИАЛОВ И ПРОДУКЦИИ НАНОИНДУСТРИИ
Толмачев Владимир Валерьянович
(заведующий лабораторией менеджмента риска и оценки соответствия, ФГУП УНИИМ, Екатеринбург)

13.10 – 13.30

Д18. ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ АДсорбции, УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ, УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА И ДИАМЕТРА ПОР НАНОПОРИСТЫХ ВЕЩЕСТВ
Собина Егор Павлович
(к.х.н., зав. лабораторией, ФГУП УНИИМ, Екатеринбург)

13.30 – 14.30

Обед

Сессия 4

Председатель: д.т.н. Д.И. Кочубей

14.30 – 15.00

Л19. ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЕТЕНТНОСТИ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ
Шишова Ирина Владимировна
(зам. зав отделом Центра экспертов по аккредитации в области оценки соответствия и обеспечения единства измерений ФГУП «УНИИМ», Екатеринбург)

15.00 – 15.30

Л20. ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В РАБОТЕ АККРЕДИТОВАННЫХ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ
Козлова Нина Семеновна
(к.ф.-м.н., зав. лаб., НИТУ «МИСиС», Москва)

15.30 – 16.00

Л21. ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИЙ ЛАБОРАТОРИЙ ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ
Шпаков Сергей Викторович
(лаборатория метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП "УНИИМ", Екатеринбург)

16.00 – 16.30

Л22. СИСТЕМА ПРОИЗВОДСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ ПРЕДПРИЯТИЙ. РОЛЬ ПРОЦЕССОВ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ
Степанов Александр Сергеевич
(лаборатория метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП "УНИИМ", Екатеринбург)

17.00 – 20.00

Экскурсия в Уральский научно-исследовательский институт метрологии: государственные эталоны и банк хранилища контрольных экземпляров стандартных образцов
Круглый стол «Вопросы разработки и утверждения типа стандартных образцов для нанотехнологий» (УНИИМ)



Четверг

6 июня

Сессия 5

Председатели: д.ф.-м.н. А.С. Авилов,
к.ф.-м.н. А.Л. Васильев

9.30 – 10.05 **Л23.** ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ: СТРУКТУРА, СВОЙСТВА, ПРИМЕНЕНИЕ
Попов Артемий Александрович
(профессор, зав. кафедрой термообработки и физики металлов, Институт материаловедения и металлургии УрФУ, Екатеринбург)

10.05 – 10.40 **Л24.** ПОЛИМЕРНЫЕ НАНОКОМПОЗИТЫ. ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ
Чвалун Сергей Николаевич
(профессор, начальник отдела, НИЦ «Курчатовский институт», Москва)

10.40 – 10.55 **Д25.** ОПЕРАТИВНЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ЭФФЕКТИВНЫХ ДЛЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ ЗАЩИТЫ
Рамалданова Анастасия Анверовна
(ФГУП "Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов "Прометей", Санкт-Петербург)

10.55 – 11.10 **Д26.** ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ДИОКСИД ЦИРКОНИЕВЫХ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ
Савушкина Светлана Вячеславовна
(ГНЦ ФГУП Центр Келдыша, Москва)

11.10 – 11.30 Кофе-брейк, выставка

11.30 – 12.05 **Л27.** НА ПУТИ К УНИФИКАЦИИ И СТАНДАРТИЗАЦИИ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ НАНОМАТЕРИАЛОВ
Петржиц Михаил Иванович
(к.т.н., в.н.с., НИТУ «МИСиС», Москва)

12.05 – 12.25 **Д28.** ИЗМЕРЕНИЕ МИКРО- И НАНОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ ТЕЛ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ИНДЕНТИРОВАНИЯ
Кайгородов Антон Сергеевич
(к.ф.-м.н., Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург)

12.25– 12.45 **Д29.** СТАНДАРТИЗАЦИЯ И МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В ОБЛАСТИ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СВЕРХТВЕРДЫХ И НОВЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ
Пятов Алексей Львович
(главный метролог, ФГБНУ ТИСНУМ, Троицк)

12.45–13.05 **Д30.** СООТВЕТСТВИЕ ПРИБОРОВ НАНО И МИКРО- ИНДЕНТИРОВАНИЯ КОМПАНИИ CSM-INSTRUMENTS СТАНДАРТАМ ГОСТ Р 8.748-2011 И ISO 14577

Могильников Юрий Владимирович
(ООО "Ниеншанц-Сайнтифик", Санкт-Петербург)

13.05 – 14.00 Обед

Сессия 6

Председатели: проф. С.Н. Чвалун,
проф. А.А. Попов

14.00 – 14.35 **Л31.** СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ТРЕХМЕРНОЙ РЕКОНСТРУКЦИИ В ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
Васильев Александр Леонидович
(к.ф.-м.н., зав. лабораторией электронной микроскопии НИЦ «Курчатовский институт», Институт кристаллографии РАН, Москва)

14.35 – 15.10 **Л32.** ЭЛЕКТРОННАЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЯ И РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ В СТРУКТУРНОЙ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ И СТАНДАРТИЗАЦИИ РАЗМЕРНЫХ ПАРАМЕТРОВ НАНОЧАСТИЦ
Авилов Анатолий Сергеевич
(д.ф.-м.н., заведующий Отделом электронной кристаллографии, Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва)

15.10 – 15.45 **Л33.** ИССЛЕДОВАНИЕ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
Александр Васильевич Квит
(профессор, Университет Висконсин – Медисон, США)

15.45 – 16.05 **Д34.** КОМБИНАЦИЯ МЕТОДОВ СОВРЕМЕННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ НАНОСТРУКТУР И ПРЕВРАЩЕНИЙ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ
Колосов Владимир Юрьевич
(профессор, Уральский федеральный университет, Екатеринбург)

16.05 – 16.25 Кофе-брейк, выставка

16.25– 17.00 **Л35.** ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ: ИННОВАЦИИ И ДОСТИЖЕНИЯ
Лопатин Сергей Юрьевич
(PhD, ведущий специалист по прикладным исследованиям, Application Laboratory FEI, Нидерланды)



17.00 – 17.20	Д36. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИЯХ НАНОПОРОШКОВ И ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИХ Мурзакаев Айдар Марксович (к. ф.-м. н., Старший научный сотрудник Институт Электрофизики УрО РАН, Екатеринбург)
17.20 – 17.40	Д37. ИЗМЕРЕНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕГИРУЮЩИХ ПРИМЕСЕЙ В ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУРАХ СУБМИКРОННОГО И НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА МЕТОДОМ СОПРОТИВЛЕНИЯ РАСТЕКАНИЯ Кобелева Светлана Петровна (доцент, к.ф.-м.н., НИТУ "МИСиС", Москва)
17.40 – 17.55	Д38. ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПЛЕНОЧНЫХ СТРУКТУР МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО НАПЫЛЕНИЯ И АТТЕСТАЦИЯ ИХ СВОЙСТВ Степанова Елена Александровна (доцент, к.ф.-м.н., Уральский федеральный университет, Екатеринбург)
17.55 – 18.15	Д39. ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЖК С МОНОМОЛЕКУЛЯРНЫМИ ОРИЕНТИРУЮЩИМИ ПЛЕНКАМИ Беляев Виктор Васильевич (профессор, Московский государственный областной университет, Москва)
18.15 – 18.30	Д40. НОВЫЙ НАНОКОМПОЗИТНЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОЛИ(1-ТРИМЕТИЛСИЛИЛ -1-ПРОПИНА) И ПОЛИ(ФЕНИЛ-1-ПРОПИНА) ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ Яковлева Елена Юрьевна (к.х.н., Институт катализа СО РАН, Новосибирск)
19.30 – 22.00	Товарищеский ужин

Пятница

7 июня

Сессия 7	Председатели: к.т.н. М.И. Петрижик, чл.-корр. РАН. В.В. Иванов
10.00 – 10.35	Л41. ПРИМЕНЕНИЕ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ И СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ С ТЕРМОУПРУГИМИ МАРТЕНСИТНЫМИ ПРЕВРАЩЕНИЯМИ И ЭФФЕКТАМИ ПАМЯТИ ФОРМЫ Пушин Владимир Григорьевич (профессор, Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург)
10.35 – 10.50	Д42. ОПТИМИЗАЦИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОЕВ ФАЗЫ Nb₃Sn В СВЕРХПРОВОДЯЩИХ КОМПОЗИТАХ Nb/Cu-Sn Дерягина Ирина Леонидовна (к. т. н., Старший научный сотрудник Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург)
10.50-11.05	Д43. ПРИМЕНЕНИЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОАНОДИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ И ИХ СПЛАВОВ Степанова Кристина Вячеславовна (Карельская государственная педагогическая академия, Петрозаводск)
11.05 – 11.25	Кофе-брейк
11.25 – 12.00	Л44. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИМПУЛЬСНЫХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ Соковнин Сергей Юрьевич (в.н.с., д.т.н. Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург)
12.00 – 12.15	Д45. ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРА И КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ НА ОСНОВЕ ИНТЕРФЕРОМЕТРИИ КОНТРОЛИРУЕМОЙ СРЕДЫ Данькин Дмитрий Андреевич (ФГУП ВНИИФТРИ, Менделеево)
12.15 – 12.30	Д46. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОЧАСТИЦ С ПОМОЩЬЮ МНОГОАЗОРНОГО ГАЗОРАЗЯДНОГО ГЕНЕРАТОРА Ефимов Алексей Анатольевич (МФТИ, Москва)
12.40 – 13.00	ЗАКРЫТИЕ ШКОЛЫ И НАГРАЖДЕНИЕ ПОБЕДИТЕЛЕЙ КОНКУРСА ДОКЛАДОВ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ



ПРОГРАММА СТЕНДОВОЙ СЕССИИ

6-ой ШКОЛЫ «МЕТРОЛОГИЯ И

СТАНДАРТИЗАЦИЯ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ И НАНОИНДУСТРИИ»

Вторник, **4 ИЮНЯ, 16.30**

C1 ПРОГРАММА ИЗМЕРЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ
РАЗОРИЕНТИРОВКИ РЕШЁТКИ КРИСТАЛЛА ДЛЯ
ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
Агафонов Л.Ю., Колосов В.Ю
Уральский федеральный университет, Екатеринбург

C2 ГЕНЕРАТОР АЭРОЗОЛЕЙ НА ОСНОВЕ ИМПУЛЬСНОГО
УСКОРИТЕЛЯ ПЛАЗМЫ
Бекетов И.В.¹, Иванов В.В.^{1,2,3}, Багазеев А.В.¹,
Ефимов А.А.^{2,3}, Медведев А.И.¹, Мурзакаев А.М.¹,
Тимошенкова О.Р.¹
¹ Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург
² ООО «МЦ РОСНАНО» Москва
³ Московский физико-технический институт,
Долгопрудный

C3 ИССЛЕДОВАНИЕ ОТКЛОНЕНИЙ ОТ СТЕХИОМЕТРИИ ДЛЯ
НАНОПОРОШКОВ ДИОКСИДА ТИТАНА С ПОМОЩЬЮ
МЕТОДИКИ ЯДЕРНОГО МИКРОАНАЛИЗА
Выходец В.Б.¹, Куренных Т.Е.¹, Бекетов И.В.²,
Багазеев А.В.², Медведев А.И.²
¹ Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург
² Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург

C4 ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ Cu-Nb С
РАЗНОЙ СТЕПЕНЬЮ ДЕФОРМАЦИИ
Валова-Захаревская Е.Г.¹, Попова Е.Н.¹, Дерягина И.Л.¹,
Хлебцова Н.Е.², Панцырный В.И.²
¹ Институт Физики Металлов УрО РАН, Екатеринбург
² ОАО ВНИИ Неорганических Материалов им. ак. Бочвара,
Москва

C5 ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ СПЕЦИАЛЬНЫЙ ЭТАЛОН
ЕДИНИЦЫ ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ ПОКРЫТИЙ И
РАЗРАБОТКА СО
Васильев А.С.
Уральский научно-исследовательский институт
метрологии (ФГУП «УНИИМ»), Екатеринбург

C6 ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТЕЙ ДИСКРЕТИЗАЦИИ СИГНАЛОВ ВО
ВРЕМЕНИ В АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ
Гоц С.С., Бахтизин Р.З., Журавлев Г.И., Севницкий С.А.
Башкирский государственный университет, Уфа

C7 СОЗДАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ИЗМЕРЕНИЙ ТЕРМОХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ
НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ
СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ
Клековкин И.В.¹, Шувалов Г.В.¹, Ильин А.П.², Ясырова О.А.³
¹ ФГУП «СНИИМ», Новосибирск
² ТПУ, Томск
³ Омский институт водного транспорта ФГБОУ ВПО
«НГАВТ», Омск

C8 УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ
НАНОКОМПОЗИТОВ И СЛОИСТЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ
СТРУКТУР 4-Х ЗОНДОВЫМ МЕТОДОМ ВИК-УЭС
Кобелева С.П.^{*}, Анфимов И.М.^{**}, Щемеров И.В.^{**},
Козлова Н.С.^{*}, Соловьева Ю.С.^{*}
^{*} НИТУ «МИСиС», Москва
^{**} НИТУ «МИСиС», ООО «РИИС», Москва

C9 РАЗРАБОТКА РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА
ДИАГНОСТИКИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА НАНОРАЗМЕРНЫХ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ
Ковалев Д.Ю., Пономарев В.И.
Институт структурной макрокинетики и проблем
материаловедения РАН, Черноголовка

C10 ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ УЛАВЛИВАНИЯ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ АЭРОЗОЛЕЙ В
ЭЛЕКТРОФИЛЬТРАХ
Кормин А.Д., Ефимов А.А.
Московский физико-технический институт, Долгопрудный

C11 ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРНЫХ
ХАРАКТЕРИСТИК МОНОДИСПЕРСНОГО АНСАМБЛЯ
НАНОЧАСТИЦ SiO₂ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИВЫХ
ПОДЛОЖЕК
Лисовский С.В., Ефимов А.А., Лизунова А.А., Уразов М.Н.,
Ермакова М.А., Волков И.А.
Московский физико-технический институт, Долгопрудный

C12 РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ КОМПЛЕКТА МЕР «СТЕП-
ИФП-1» ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ В НАНОМЕТРОВОМ
ДИАПАЗОНЕ
Матвейчук В.Ф.¹, Щеглов Д.В.², Косолобов С.С.²,
Латышев А.В.³, Шувалов Г.В.¹, Евграфов В.И.¹, Копытов
В.В.¹, Тукмачев К.В.¹, Загарских С.А.¹, Клековкин И.В.¹
¹ ФГУП «СНИИМ», Новосибирск
² ИФП СО РАН, Новосибирск
³ ЦКП «Наноструктуры», Новосибирск

C13 ДИНАМИЧЕСКАЯ МЕРА ДЛИНЫ В ОДИН НАНОМЕТР
Мешков Г.Б.^{1,3}, Синицына О.В.^{2,3}, Яминский И.В.^{1,3}
¹ Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова,
² Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова,
³ Центр перспективных технологий, Москва

C14 РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЯ ВЫСОКОЧИСТЫХ
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА РАСТВОРОВ ИОНОВ
СВИНЦА И НИКЕЛЯ
Мигаль П.В.
ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт
метрологии», Екатеринбург

C15 ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО
АНАЛИЗА НА ПОЛНОМ ВНЕШНЕМ ОТРАЖЕНИИ ДЛЯ
ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА В СУСПЕНЗИИ
НАНОЧАСТИЦ МАГГЕМИТА
Кулеш Н.А., Новосёлова Ю.П., Лейман Д.В., Сафронов
А.П., Курляндская Г.В.
Уральский федеральный университет им. первого
Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург

C16 ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ДИСУЛЬФИДОВ ХРОМА-
МЕДИ, ДОПИРОВАННЫХ ВАНАДИЕМ МЕТОДОМ
СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
Перегудова Н.Н., Коротаев Е.В., Соколов В.В.,
Филатова И.Ю., Кучумов Б. М.
ИНХ СО РАН, Новосибирск



- C17** ПЭМ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНИДОВ МЕДИ, РАСТУЩИХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ
Селенских Я.А., Колосов В.Ю., Юровских А.С.
Уральский федеральный университет, Екатеринбург
- C18** ИССЛЕДОВАНИЕ ДОЛГОВРЕМЕННОЙ СТАБИЛЬНОСТИ СУСПЕНЗИЙ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, ЦИНКА, КРЕМНИЯ И ТИТАНА
Сиводедов Д.А., Ефимов А.А., Лизунова А.А.
Московский физико-технический институт, Долгопрудный
- C19** ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКАЯ ЭКСПРЕСС-МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЛЩИНЫ И ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ НАНОСТРУКТУР В ПРОЦЕССЕ ИХ РОСТА.
Тарасов И.А.¹, Косырев Н.Н.¹, Варнаков С.Н.^{1,2}, Овчинников С.Г.¹, Жарков С.М.¹, Швецов В.А.³
¹Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Красноярск
²Сибирский государственный аэрокосмический университет им. академика М.Ф. Решетнева, Красноярск
³Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск
- C20** ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТИ
Тюрнина А.Е.¹, Шур В.Я.², Козин Р.В.², Кузнецов Д.К.², Мингалиев Е.А.²
¹ФГУП "Уральский научно-исследовательский институт метрологии", Екатеринбург
²УЦКП ИЕН "Современные нанотехнологии" УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург
- C21** ПРОБЛЕМЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГЕТЕРОСТРУКТУР В МЕТРОЛОГИИ
Уваров О.В.¹, Васильев А.Л.^{2,3}, Роддатис В.В.², Трунькин И.Н.²
¹Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН
²НИЦ «Курчатовский институт»
³Институт кристаллографии им.А.В.Шубникова РАН
- C22** ИЗМЕРЕНИЕ ВЯЗКОСТИ НАНОМЕТРОВЫХ СЛОЕВ ЖИДКОСТИ ПРИ ПОМОЩИ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА И КАМЕРТОННОГО ДАТЧИКА
Худолей А.Л., Чижик С.А., Чикунов В.В.
Институт тепло- и массообмена им. А.В.Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь

- C23** ОПЫТ РАБОТЫ ЦЕНТРА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ В СИБИРСКОМ ФЕДЕРАЛЬНОМ ОКРУГЕ
Шувалов Г.В.¹, Матвейчук В.Ф.¹, Сероштан В.Н.³, Евграфов В.И.¹, Клековкин И.В.¹, Щеглов Д.В.², Косолобов С.С.², Латышев А.В.², Загарских С.А.¹, Ильин А.П.⁴, Бабкина О.В.⁵, Чухланцева М.М.⁶, Артюхина Л.В.⁶, Николенко А.Н.⁷
¹ФГУП «СНИИМ», Новосибирск
²ИФП СО РАН, Новосибирск
³КТИ НП СО РАН, Новосибирск
⁴ТПУ, Томск
⁵ТГУ, Томск
⁶ФБУ ТЦСМ, Томск
⁷ИЯФ СО РАН, Новосибирск
- C24** БЕСКОНТАКТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ НАНОКОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ
Анфимов И.М.¹, Кобелева С.П.², Малинкович М.Д.², Щемеров И.В.¹, Механовин Е.В.²
¹НИТУ "МИСИС", ООО "РИИС", Москва
²НИТУ "МИСИС", Москва
- C25** СОЗДАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ НА ОСНОВЕ МЕЗОПОРИСТЫХ МЕЗОФАЗНЫХ СИЛИКАТОВ И РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИХ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
Мельгунов М.С., Яковлева Е.Ю., Демидов М.Б., Слюдкина Н.С.
ЗАО «КАТАКОН», Новосибирск
ООО «Центр Компетенции «Катализаторы для энергоэффективных технологий», Новосибирск
- C26** ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ЭЛЕКТРОДОВ КОНДЕНСАТОРНЫХ ЯЧЕЕК, ПРИГОТОВЛЕННЫХ ИЗ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК
Скидин Д.О.¹, Лошкарев А.А.¹, Хрустов В.Р.², Никонов А.В.²
¹Московский физико-технический институт
²Институт электрофизики УРО РАН



ТЕЗИСЫ ЛЕКЦИЙ И ДОКЛАДОВ





ТЕЗИСЫ ЛЕКЦИЙ И УСТНЫХ ДОКЛАДОВ

Л1 ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ИСПЫТАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ В ЦКП ИНСТИТУТА ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ УРО РАН

Ринкевич А.Б.

Институт физики металлов УрО РАН
rinkevich@imp.uran.ru

Центр коллективного пользования ИФМ УрО РАН “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” (ИЦ НПМ) проводит исследования и испытания наноматериалов по нескольким физическим свойствам и характеристикам. В докладе дана характеристика методам исследования наноматериалов, приведены технические возможности и особенности применения аналитического оборудования. ЦКП «ИЦ НПМ» специализируется в следующих направлениях:

- исследование параметров кристаллической, электронной и магнитной структуры материалов;
- исследование механических свойств материалов;
- исследование магнитных и гальваномагнитных свойств материалов;
- проведение рентгеноструктурного, химического и спектрального анализа.

“ИЦ НПМ” соответствует требованиям Системы добровольной сертификации продукции наноиндустрии «Наносертифика», предъявляемым к испытательным лабораториям (центрам) и признан технически компетентным. Работы ведутся по сертифицированным методикам. В докладе приведены примеры исследования наноматериалов в центре. В качестве примера рассмотрено комплексное исследование магнитофотонных кристаллов – 3D-наноккомпозитных материалов на основе опаловых матриц с частицами магнитных металлов и ферритов-шпинелей. Исследованы их магнитные и микроволновые свойства [1,2], структура, фазовый и элементный состав [3].

1. V.V. Ustinov, A.B. Rinkevich, D.V. Perov, M.I. Samoilovich, S.M. Klesheva. Anomalous magnetic antiresonance and resonance in ferrite nanoparticles embedded in opal matrix // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2012, v.324, p.78–82
2. В.В. Устинов, А.Б. Ринкевич, Д.В. Перов, и др. Гигантский антирезонанс в отражении электромагнитных волн от 3D-структуры с наночастицами ферритов-шпинелей // Журнал технической физики, 2013, том 83, вып. 4, с.104-112
3. А.Б. Ринкевич, А.М. Бурханов, М.И. Самойлович и др. 3D-наноккомпозитные металлодиэлектрические материалы на основе опаловых матриц // Росс. Хим. Журн., 2012, т.LVI, №1-2, с.26-35

Л2 НОВЫЕ МЕТОДЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И СТРУКТУР

В.А.Быков, А.Б. Шубин

Группа предприятий «НТ-МДТ», ФГУП НИИФП им.

Ф.В. Лукина, Зеленоград, Москва

e.mail: vbykov@ntmdt.ru, shubin@ntmdt.ru

К настоящему времени сканирующая зондовая микроскопия вошла в состав классических методов исследования наноструктур и широко используется для качественной оценки свойств и геометрических параметров поверхностей. Тем не менее, до сегодняшнего дня СЗМ относится к числу эксклюзивных методов, требующих как для получения данных, так и для их интерпретации специальных знаний и навыков, что сдерживает широкое распространение метода.

В зависимости от типа образцов требуется использовать различные типы зондов с различной жесткостью, покрытиями, параметрами острий. Смена кантилеверов также требует специальной тренировки, является сдерживающим фактором, напрягающим пользователя. При малейшей неаккуратности возможна поломка зонда, цена которого может составлять несколько сотен долларов США. Кроме того, смена зонда требует времени и не позволяет провести измерения свойств того же самого участка поверхности различными типами зондов с интервалом задержке даже в несколько минут. Процедура смены зонда, последующего подвода и позиционирования на искомом фрагменте поверхности, прихода системы в равновесие по дрейфам может занимать более часа даже у квалифицированного пользователя.

Получение корректных результатов является отдельной и очень сложной задачей. Сама суть методов СЗМ состоит в интерпретации результатов контактного взаимодействия зонда, имеющего индивидуальную форму, жесткость, а следовательно действующего на объект с определенным давлением, резонансные свойства, химический состав поверхности кончика иглы, непосредственно взаимодействующего с поверхностными функциональными группами образца, его проводимость, намагнитченность – все это оказывает влияние на регистрируемые контрасты. В большинстве случаев об этом даже не вспоминают, но это не значит, что всего этого не существует.

Точного решения задачи интерпретации на настоящее время не существует, но минимизировать ошибки возможно. Для этого к настоящему времени разработана новая технология СЗМ измерений с использованием т.н. RSI (Raster Speed Imaging) техники, идея которой заключается в интерпретации силового взаимодействия при высокоскоростном измерении силовых кривых в процессе сканирования с одновременной компенсацией Кельвин потенциала.

Реализация RSI потребовала разработки нового контроллера, с использованием которого возможно измерение и компенсация Кельвин-потенциала и высокоскоростная регистрация силовых кривых взаимодействия зонд-поверхность. Быстрый обсчет силовых кривых в настоящее время позволяет визуализировать изображение поверхности при нулевой силе взаимодействия (пока без учета деконволюции), визуализировать рельеф адсорбционного слоя, рельеф сил адгезии, распределение модуля Юнга, токов растекания. Компенсация Кельвин-потенциала осуществляется минимизацией колебаний



кантилевера на второй гармонике компенсационным потенциалом.

Кроме того, применение RSI позволяет компенсировать артефакты сканирования, связанные с гидродинамическим влиянием среды при измерениях в жидкостях. Дрейф нулевого уровня силы от времени и координаты, переколебания балки после отрыва иглы от поверхности]]6 высокочастотные шумы, нелинейные искажения траектории сканера при увеличении амплитуды и частоты сканирования. Все это значительно облегчает работу пользователя и позволяет эффективно получать значимые результаты.

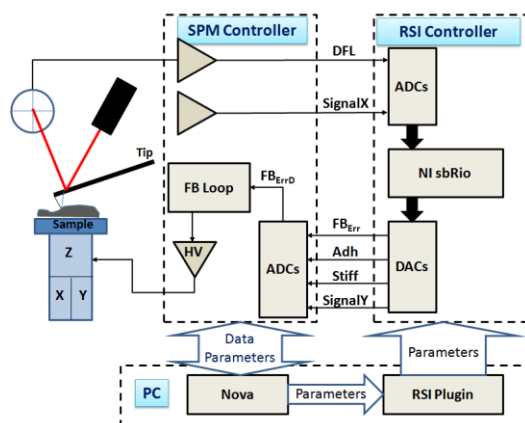


Рис.1. Блок схема прибора с RSI контроллером и контроллером PX C3M.

Развитие технологий производства микромеханики позволила значительно увеличить процент выхода годных кантилеверов (практически до 100%) с повторяемостью резонансных характеристик балок в 10%, что создало предпосылки реализации идеи многозондовых картриджей для АСМ. Идея картриджей зародилась в НТ-МДТ еще в 1996 году [1], однако ее техническая реализация стала возможной только сейчас.

Картридж представляет собой многозондовый датчик контурного типа, содержащий 40 кантилеверов. Выбор действующего кантилевера осуществляется программно с оптическим контролем. Кантилеверы могут быть как однотипными, так и «цветными» с заданными типами покрытий и жесткостью. Замена картриджа осуществляется вручную и не является сложной процедурой. Для работы с картриджами созданы специальные измерительные головки, которые интегрируются в новые приборы компании (NEXT, OPEN, SOLVER-NANO, EDUCATOR-II).

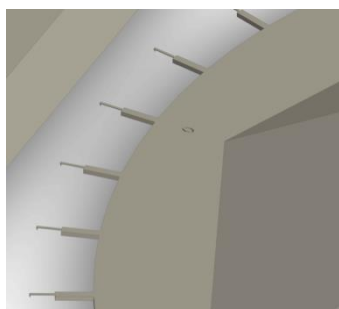


Рис.2. Фрагмент многозондового картриджа

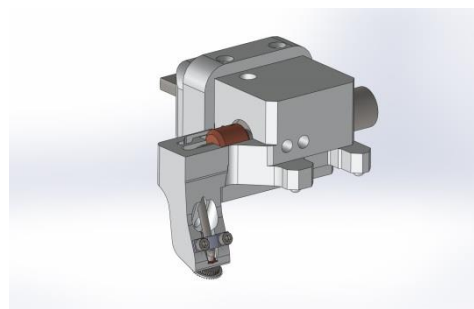


Рис.3. C3M головка с многозондовым картриджем сканирующего зондового микроскопа NEXT

Внедрение новой технологии существенно изменяют потребительские свойства приборов и придают им новое качество – качество приборов широкого пользования для количественной характеристики свойств наноструктур.

Развитие методов сканирующей спектроскопии в комбинации с C3M на базе комплексов NTEGRA-SPECTRA и SPECTRUM позволяют реализовать опции конфокальной лазерной люминесцентной спектроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния, надежной регистрации TERS, зондово-оптической спектроскопии магнитного резонанса высокого разрешения. Использование зондов с N-V дефектами в нанокристаллах алмаза дает возможность регистрации магнитных состояний, вплоть до регистрации единичных спиновых состояний.

1. Заявка 96123099/09 от 06.12.1996, патент: «Многозондовый кантилевер для сканирующего зондового микроскопа» RU 2124251 C1; Заявка 2003116596/28 от 05.06.2003, патент: «Многозондовый датчик контурного типа для сканирующего зондового микроскопа»; патентообладатель «НТ-МДТ»

ЛЗ НАНОМЕТРОЛОГИЯ – КЛЮЧЕВОЙ АСПЕКТ РАЗВИТИЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

В.П. Гавриленко^{1,2}, П.А. Тодуа^{1,2}

¹Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, 119421, Москва, ул. Новаторов, д. 40.

²Национальный исследовательский университет «Московский физико-технический институт», 141700, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский переулок, д. 9.

E-mail: fgupnicpv@mail.ru

Нанотехнология – это изучение, использование и/или манипуляция объектами, имеющими характерные размеры (по крайней мере, по одной из координат) приблизительно от 1 нм до 100 нм. Объекты с такими размерами могут обладать совершенно новыми физическими и химическими характеристиками, в результате чего их свойства будут отличаться как от свойств отдельных атомов и молекул, так и от свойств аналогичных объектов, имеющих макроскопические размеры. Понимание и моделирование свойств нанобъектов может быть основано только на результатах достоверных измерений. Точные измерения размеров, характеристика материалов и объектов, определение их структуры в нанометровом и субнанометровом диапазонах крайне необходимы как при выполнении научных исследований и опытно-



конструкторских работ, так, в конечном итоге, и при производстве продукции наноиндустрии. Одним из основных аспектов метрологии нанометрового диапазона – нанометрологии – является обеспечение прослеживаемости измерений, выполняемых в этом диапазоне, к единице физической величины в системе СИ. Для реализации такой прослеживаемости нанометрология опирается на меры, стандартные образцы состава, структуры, размера, свойств с целью обеспечения практически каждой единицы приборно-аналитического оборудования необходимым набором средств, которые воспроизводят требуемую шкалу и позволяют осуществить калибровку средств измерений, в том числе непосредственно в самом процессе измерений объектов нанотехнологий. Технология создания стандартных образцов и мер сопровождается, во-первых, разработкой соответствующих методик поверки и калибровки собственно стандартных образцов и мер, во-вторых, разработкой методик поверки и калибровки средств измерений с помощью таких стандартных образцов и мер, и, в-третьих, разработкой методик измерений параметров и характеристик нанообъектов и продукции наноиндустрии с использованием калиброванных средств измерений. Другой важный аспект нанометрологии заключается в том, что правильное определение свойств объектов и материалов в области нанометровых размеров служит основой для исследования того влияния, которое оказывают нанотехнологии на окружающую среду, человеческое здоровье и безопасность. Нанометрология включает в себя обеспечение единства измерений различных параметров нанообъектов и наноматериалов, среди которых размер является важнейшим параметром. Это связано, во-первых, с тем, что в нанометровом диапазоне свойства нанообъектов во многом определяются их размерными параметрами. Во-вторых, измерение различных параметров и характеристик нанообъектов и наноматериалов (механических, электрических, магнитных, оптических) требует пространственного позиционирования зонда измерительного устройства с нанометровой точностью. При производстве продукции наноиндустрии наряду с метрологией важную роль играет стандартизация. При этом действие стандартов должно, в первую очередь, распространяться на средства и методики измерений, стандартные образцы, методики калибровки, характеризацию самого технологического процесса. Стандартами также регламентируются необходимые требования, касающиеся безопасности, человеческого здоровья и экологии, при производстве продукции наноиндустрии.

Л4 РАЗРАБОТКИ В ОБЛАСТИ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ НАНОМАТЕРИАЛОВ В ЦКП «НАНОСТРУКТУРЫ»

Латышев А.В.

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

Основной задачей развития сети центров коллективного пользования является обеспечение метрологической, диагностической и технологической поддержки фундаментальных и прикладных исследований, инновационных разработок и сертификации

высокотехнологической продукции. Объединение научно-технической базы способствует более эффективному использованию этого оборудования и активации инновационно-технологического обмена между организациями.

ЦКП «Наноструктуры» организован на базе аналитических лабораторий Института физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН и Института катализа им. Г.М. Борескова СО РАН. В рамках ЦКП эти институты объединили аналитическое оборудование для оказания услуг при проведении научно-исследовательских, инновационных и прикладных работ. ЦКП обеспечивает проведение исследований и измерений на имеющемся научном оборудовании в форме коллективного пользования заинтересованным научным организациям. В основе деятельности ЦКП лежат крупные промышленно-ориентированные проекты, которые в той или иной степени обеспечивают развитие Сибирского региона. Для ЦКП «Наноструктуры» приоритетным направлением является диагностическая и метрологическая поддержка разработок конкурентоспособных на мировом рынке продуктов и технологий в области индустрии наносистем, а также технологическая поддержка методов структурирования на базе оптической, электронной, ионной и зондовой литографии, в том числе нанометрового диапазона.

Большое внимание в ЦКП «Наноструктуры» уделяется обеспечению единства измерений. Это и аккредитация на техническую компетентность, и разработка новых методик измерений, и организация внутреннего аудита качества измерений. Все это чрезвычайно важно для деятельности ЦКП. Следует отметить существенные проблемы в области нанометрологии и сертификации в нанометровом диапазоне, связанные с отсутствием стандартов, калибровочных мер и т.д. Эти проблемы существуют не только в Российской Федерации, но и в других странах. В течение многих лет ЦКП «Наноструктуры» занимается разработкой и изготовлением калибровочных мер для атомно-силовых микроскопов. Ежегодно изготавливается серия тест-объектов на основе ступенчатых поверхностей кремния для калибровки нанометровых размеров для фирмы NT-MDT.

Следует отметить разработку центрами коллективного пользования новых методик обработки экспериментальных данных для получения количественной информации о низкоразмерных системах и наноматериалах. Традиционные методы измерения шероховатости, однородности, размытия границ не могут однозначно охарактеризовать современные наносистемы. Очевидно, что вновь разрабатываемые методы диагностики не могут быть отнесены к разряду так называемых «гостированных» характеристик.

Приводится информация о применении взаимодополняющих диагностических методов для получения наиболее полной информации о наноструктурах и тонких пленках в рамках метрологического обеспечения в центре коллективного пользования «Наноструктуры». Представлены результаты исследования атомного строения поверхности, границ раздела и дефектов структуры в полупроводниковых материалах и развития методов современной электронной и зондовой микроскопии для анализа и создания твердотельных систем с пониженной размерностью. Приводятся примеры методов и средств обеспечения единства прецизионных измерений в нано- и субнанометровом диапазоне на основе кремниевых мер с предельными характеристиками для обеспечения комплексных исследований в области технологии наноструктурирования и диагностического сопровождения разработок новых материалов и систем для наноиндустрии. Сообщаются примеры проведения научно-исследовательских



работ в области создания и характеристики функциональных твердотельных наносистем для решения задач био- и нанотехнологий.

Основной проблемой ЦКП остается существенное устаревание и износ научного оборудования, так как темпы развития аналитического приборостроения чрезвычайно высоки. Есть проблемы с развитием полноценного рынка услуг коллективного пользования. Создание партнерских отношений с ведущими российскими и мировыми центрами коллективного пользования будет способствовать развитию рынка услуг с учетом накопленного мирового опыта. Имеются проблемы с неопределенностью статуса ЦКП, что требует доработки административного, хозяйственного и финансового статуса ЦКП. Необходима более тесная интеграция с вузами для подготовки “инженерно-технической элиты”, проведение взаимных стажировок, использование возможностей научно-образовательных центров и ведущих научных школ.

Д5 О ВОЗМОЖНОСТИ ДОСТИЖЕНИЯ СУБНАНОМЕТРОВЫХ ЗНАЧЕНИЙ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ПРИ ИЗМЕРЕНИЯХ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ СКАНИРУЮЩИМ ЗОНДОВЫМ МИКРОСКОПОМ

Гоголинский К. В.¹, Губский К. Л.^{2,3}, Кузнецов А. П.^{2,3}, Маслеников И. И.^{1,3}, Решетов В. Н.^{1,2}

¹ФГБНУ ТИСНУМ, Москва, г. Троицк, Россия,

²НИЯУ МИФИ, Москва, Россия

³ГУ МФТИ, Долгопрудный, Россия

e-mail: nanoscan@newmail.ru

Проблема метрологического обеспечения измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне становится все более острой в связи с их востребованностью в технологических приложениях. Существующие методы калибровки сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) с помощью линейных мер высоты и периода обеспечивают неопределенность измерений не лучше нескольких нанометров [1]. Для повышения стабильности и достоверности измерений, а также обеспечения их прослеживаемости к эталону – длине волны лазерного излучения, применяются интерферометры, сопряженные с системой сканирования СЗМ. Данная работа посвящена исследованию предельных метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Di» [2]. Использование в интегрированном в прибор 3-х координатном гетеродинном лазерном интерферометре стабилизированного He-Ne лазера с нестабильностью оптической частоты $\sim 1 \cdot 10^{-9}$ позволяет исключить систематическую составляющую неопределенностей измерений и сосредоточиться на изучении и минимизации случайных составляющих, зависящих от вклада различных факторов: фундаментальных шумов, аппаратных погрешностей и воздействия внешних помех.

Фундаментальные неопределенности. Тепловые шумы проявляются в виде хаотических колебаниях острия зонда, однако при использовании достаточно жестких зондов их величина оказывается существенно меньше 0,1 нм. Дробовые шумы света, попадающего на фотоприемник, минимизируется до необходимого уровня, менее 0,1 нм, путем увеличением мощности используемого лазерного излучения.

Аппаратные неопределенности. К числу данных факторов можно отнести: кажущиеся изменение высоты за счет вариаций контактной жесткости, значение которой при сканировании поддерживается постоянным, конечную точность, с которой известна длина волны лазерного излучения, а также доплеровский сдвиг частоты света, отраженного от движущегося сканера. Значимой может быть и ошибка из-за неквадратности схемы детектирования фазового сдвига, которая при стандартных схемотехнических решениях обычно приводит к итоговой неопределенности порядка 0,1 нм. Трудно контролируемой, но носящей методический характер, является погрешность Аббе, вызванная паразитными вращениями системы сканирования и имеющая для типичных сканеров величину порядка 0,1% от контролируемого перемещения по любой из 3-х осей.

Воздействие окружающей среды. Температурное расширение деталей микроскопа напрямую влияет на изменение размеров исследуемых структур, а также приводит к кажущемуся изменению расстояний из-за различия в длине плеч интерферометра. Значимое шумовое влияние оказывают температурные изменения показателя преломления воздуха, связанные с конвективным и турбулентным движением. Данный эффект минимизируется посредством использования защитного бокса, пассивной термостабилизации всей конструкции и мер, уменьшающих конвекцию воздуха в оптических каналах. Изменения коэффициента преломления воздуха в зависимости от атмосферного давления также влияют на показания интерферометра. Колебания давления в инфразвуковой области может быть весьма значительно и достигает тысячи паскалей. Методическую составляющую такого рода неопределенностей можно устранить путем корректировки показаний интерферометра с учетом текущих значений температуры и атмосферного давления. На работу прибора значительное влияние оказывают сейсмические воздействия. Для рабочих параметров СЗМ при типичном уровне колебательного ускорения, свойственного городским условиям, эта помеха достигает величины $\sim (1 \div 10)$ нм. Данная оценка указывает на необходимость использования виброизолирующих платформ при эксплуатации метрологических СЗМ в типичных лабораторных условиях.

Теоретический анализ величин неопределенностей и экспериментальное исследование параметров приборов типа «НаноСкан-3Di» показали, что при соблюдении определенных конструктивных и эксплуатационных требований возможны измерения линейных размеров структур с метрологически обоснованной неопределенностью менее 1 нм.

1. Гоголинский К.В. и др. // Метрологическое обеспечение измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне. Наноиндустрия. 2012. № 1, стр.48-50.

2. Гоголинский К.В. и др. // Исследование метрологических характеристик измерительного сканирующего зондового микроскопа с применением калибровочных решеток типа TGZ. Измерительная техника. 2012. №. 4, стр. 18–21.



ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ В НОЦ «НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ» И ПОДГОТОВКА СПЕЦИАЛИСТОВ В УРФУ ПО МЕТРОЛОГИИ, СТАНДАРТИЗАЦИИ И СЕРТИФИКАЦИИ ПРОМЫШЛЕННОЙ ПРОДУКЦИИ

Кортон В.С., Вайнштейн И.А.

Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н.Ельцина
E-mail: vskortov@mail.ru; i.a.weinstein@ustu.ru

Научно-образовательный центр «Наноматериалы и нанотехнологии» (НОЦ НАНОТЕХ) был создан в рамках ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии на 2008-2011 годы» для реализации на базе УрФУ государственной политики в сфере нанотехнологий. В настоящее время НОЦ НАНОТЕХ является площадкой, где ведутся научные исследования в области наноматериалов и нанотехнологий, проводятся лабораторные практикумы для студентов естественно-научных и технических направлений, а также работают над своими диссертациями магистранты и аспиранты разных институтов УрФУ. Разработаны и введены в действие курсы повышения квалификации по современным инженерно-техническим программам для специалистов и преподавателей высших профессиональных учебных заведений, персонала высокотехнологичных предприятий.

В период с 2010 года созданы научные и учебно-исследовательские лаборатории по нанoeлектронике, моделированию наносистем, сканирующей электронной микроскопии, зондовым методам, оптической спектроскопии и нанoфотонике, ведется работа по формированию лабораторий пробоподготовки, нанометрологии и низкотемпературных измерений. Спроектирован Технологический сектор с чистым помещением для синтеза наноструктур. За время функционирования и постоянного обновления структуры НОЦ НАНОТЕХ выполнен комплекс НИР в рамках ФЦП Кадры, грантов РФФИ, хозяйственных договоров с предприятиями региона, которые были направлены на решение самых разных фундаментальных и прикладных задач, в частности в области эффективного детектирования ионизирующих излучений с использованием наноструктурированных оксидных и нитридных матриц, при изучении химической и минеральной эволюции вещества внеземного происхождения в космических и земных условиях, при исследовании локальных механических характеристик материалов в нанометровом масштабе и др. Благодаря концентрации высококлассного аналитического оборудования специалисты НОЦ НАНОТЕХ первыми в мире идентифицировали и официально подтвердили метеоритную природу обломков, обнаруженных в результате падения космического объекта вблизи г. Челябинска.

В университете уделяется большое внимание подготовке специалистов, бакалавров и магистров по направлению «Стандартизация и метрология» с несколькими профилями обучения, ориентированными на приборостроение, машиностроение и металлургию. Обучение организовано в соответствии с требованиями ГОС третьего поколения. В общепрофессиональной подготовке акцент сделан на инженерные дисциплины. Специальная подготовка включает расширенные курсы по метрологии, стандартизации и сертификации промышленной продукции, теории и практике измерений, планированию и организации экспериментов, каллиметрии и управлению качеством, технологии разработки стандартов и нормативной документации, взаимозаменяемости и другим дисциплинам. Учебно-

исследовательская работа студентов, производственная и преддипломная практики организованы, как правило, в метрологических службах крупных предприятий города Екатеринбургa, в УНИИМе, в Центрах стандартизации и сертификации. Студенты ежегодно принимают участие в он-лайнoвой всероссийской олимпиаде по метрологии и занимают призовые места. С 2010 г. по рекомендации методического совета университета в курсы по метрологии для разных специальностей и направлений инженерной подготовки введены краткие разделы по свойствам наноматериалов и методам измерений их свойств с метрологической оценкой результатов. Имеются примеры успешной работы студентов-дипломников в УНИИМе, где они принимают участие в разработке методик измерений параметров и стандартных образцов наноструктурированных объектов.

Особое внимание уделяется метрологической подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлению «Электроника и нанoeлектроника». Значительная часть лабораторных практикумов по общепрофессиональным и специальным дисциплинам проводится в НОЦ на новейшем оборудовании с обязательным учетом метрологических характеристик используемых приборов, с оценкой ошибок измерений и достоверности полученных результатов. Для метрологической подготовки студентов специализирующихся в области электроники и нанoeлектроники определен перечень компетенций, знаний и умений, которыми они должны овладеть в процессе обучения.

Л7 ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И СВОЙСТВА ПЕРСПЕКТИВНЫХ ПОРОШКОВЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Алымов М.И.

Институт структурной макрокинетики и проблем
материаловедения РАН,
alymov@ism.ac.ru

Цель процесса консолидации нанопорошков заключается в достижении полной плотности материала при минимальном росте зерна. Кроме того, заготовка должна быть достаточно большого размера для измерения свойств полученного материала и изготовления из него полезного изделия. Среди основных проблем при консолидации нанопорошков можно выделить агломерацию нанопорошков, их высокую активность (пирофорность металлических порошков), наличие примесей, рост зерен, трудности при изготовлении длинномерных заготовок.

Целью прессования нанопорошков является формирование высокоплотной заготовки с малыми и одинаковыми по размеру порами, поскольку неоднородность плотности прессовки приводит к появлению дефектов в спеченном образце. На диаграммах холодного прессования нанопорошков можно выделить стадии интенсивного и слабого уплотнения, на первой стадии происходит проскальзывание и перегруппировка частиц, а на второй - упругое сжатие частиц в местах контакта, пластическая деформация пластичных и разрушение хрупких частиц. Вследствие значительного трения, скольжение и перегруппировка наночастиц затруднены, поэтому нанопорошки более склонны к образованию дефектов при прессовании, чем обычные порошки. Кроме того, наночастицы не содержат дислокаций, что затрудняет их пластическую деформацию, поэтому уменьшение размера



частиц приводит к снижению плотности компактов при одинаковом давлении прессования.

При спекании происходит увеличение плотности пористого тела, обусловленное переносом вещества в область контакта частиц. Кроме таких механизмов роста перешейка между крупными частицами как объемная и зернограничная диффузия от границы раздела между частицами, объемная и поверхностная диффузия от поверхности частиц, перенос вещества через газовую фазу для наночастиц были предложены и другие механизмы: вязкое течение, поворот зерен и межчастичное проскальзывание.

Разработана технология получения объемных наноматериалов методом спекания нанопорошков под давлением.

Л8 СВЕРХРАЗРЕШЕНИЕ В ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ АНАЛИЗЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОБЪЕКТОВ

Левин Г.Г.

ФГУП «ВНИИОФИ»

В связи с имеющей место тенденцией непрерывного уменьшения размеров структур, применяемых в современных технологических изделиях, высокую актуальность приобретает разработка эффективных методов их диагностики и контроля. Среди них важное место занимают традиционные оптические методы, так как они одни из наиболее развитых к настоящему времени, бесконтактны, высокопроизводительны и допускают применение непосредственно в технологических линиях. Одной из актуальных задач современной микроскопии является высокопроизводительное прецизионное измерение геометрических параметров наноструктурированных объектов. В частности, контроль размеров технологических наноструктур от номинала, взаимного расположения элементов различных элементов микроскопического масштаба, их малых смещений относительно друг друга представляет собой отдельную самостоятельную задачу, играющую важную роль в современных производствах высокотехнологичных изделий. При этом величины измеряемых дефектов зачастую составляет единицы нанометров, что многократно превышает как рэлеевский дифракционный предел разрешающей способности оптических приборов, так и номинальное разрешение матричных фотоприемников современных микроскопов в пересчете на масштабы в пространстве измеряемых объектов. Указанные обстоятельства заставляют обращаться к новым методам формирования и обработки изображений, получаемых оптическими микроскопами.

В докладе рассмотрены современные достижения в области сверхразрешающей оптической микроскопии и ее приложения для диагностики наноструктур.

Д10 ПРИМЕНЕНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРОАКУСТИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ВОДНЫХ ДИСПЕРСИЙ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

А.А. Лошкарёв¹, Д.О. Скидин²

¹Метрологический центр РОСНАНО

²Московский Физико-Технический Институт

В основе акустического метода лежит явление поглощения энергии ультразвуковых волн в исследуемых средах. Ультразвук может распространяться в непрозрачных и концентрированных жидких образцах, являющихся недоступными для изучения традиционными методами светорассеяния. Таким образом, акустический метод открывает новые возможности для изучения жидких дисперсных и пористых материалов, позволяя характеризовать их без разбавления и предварительной пробоподготовки.

Акустический метод реализуется с помощью пьезокристалла, излучающего ультразвуковые импульсы на частотах от 1 до 100 МГц в измерительную камеру с исследуемой дисперсией. На основе спектра затухания исходного сигнала и по величине скорости звука в исследуемой среде рассчитывается распределение частиц по размерам или определяются реологические свойства исследуемого материала.

В электроакустическом методе, в отличие от акустического, ультразвук используется только для создания периодических возмущений в образце. Вследствие различия плотностей частиц и среды, при прохождении ультразвука возникает движение частиц относительно среды, которое приводит к периодической поляризации двойного электрического слоя на границе частица-среда. Периодическое изменение потенциала приводит к возникновению электрического тока между двумя электродами внутри измерительной камеры. По величине и сдвигу фазы возникшего тока рассчитывается дзета-потенциал исследуемой дисперсии.

В ходе работы мы исследовали электроакустическим методом зависимость дзета-потенциала стирол-акриловых глобул от кислотности водной среды, а также, с помощью акустического метода определяли зависимости размеров глобул от кислотности, концентрации дисперсной фазы и времени, прошедшего с момента приготовления субпробы.

В исходном состоянии образцы стирол-акриловых дисперсий на водной основе являлись нейтральными (рН в диапазоне 6,5 – 7,9) стабильными дисперсными системами (дзета-потенциал составлял $-52,1 \pm 2,1$ мВ и $-24 \pm 0,3$ мВ).

При титровании в широком диапазоне значений рН были обнаружены изоэлектрические точки: $1,9 \pm 0,1$ и $10,8 \pm 0,1$ для первого и $12,8 \pm 0,2$ для второго типа дисперсий.

Для измерений размеров частиц были выбраны состояния дисперсий, вблизи и вдали от изоэлектрических точек (рис.1). Измерение распределения весовой доли частиц по медианным диаметрам проводилось методом акустической спектроскопии. Были рассмотрены зависимости диаметров частиц как от времени, так и от кислотности приготовленных субпроб. Пример графиков распределений частиц по диаметру приведен на рис.2.

По результатам измерений установлено, что размеры частиц менялись в зависимости от кислотности приготовленного образца. Кроме того, некоторые субпробы дисперсий не являлись стабильными, и размеры частиц



менялись с течением времени. Характер изменения измеренных диаметров частиц во времени свидетельствует о наличии седиментации в некоторых исследованных образцах.

Для всех приготовленных образцов, в том числе и в исходном состоянии, обнаружены два пика в распределении весовой доли частиц по диаметрам. Фракция, соответствующая частицам нанометровых размеров ($0,040 \pm 0,002$ мкм; $0,076 \pm 0,002$ мкм), являлась стабильной, интенсивность и положение ее пика мало менялись с течением времени и изменением кислотности. Основные изменения происходили с фракцией частиц микронных размеров ($0,413 \pm 0,007$ мкм; $0,91 \pm 0,03$ мкм в исходном состоянии).

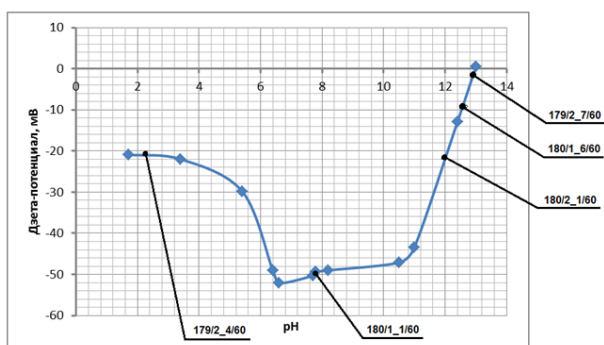


Рис.1. Зависимость дзета-потенциала от кислотности для образца водной дисперсии стирол-акриловых сополимеров.

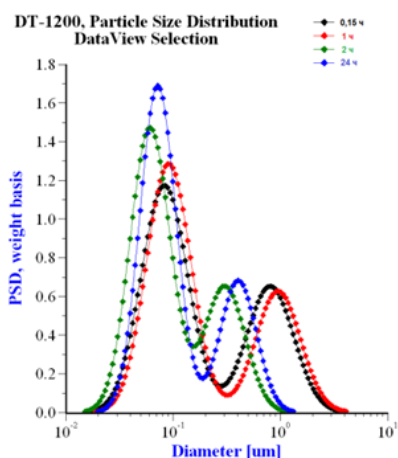


Рис.2. Динамика изменения распределения весовой доли частиц по диаметру, мкм (через 8 минут после приготовления образца, через 1, 2 и 24 часа), образец дисперсии при pH = 12,8, вблизи изоэлектрической точки.

Таким образом, можно утверждать, что акустический метод является эффективным методом измерения размеров частиц в случае концентрированных и непрозрачных дисперсий (были исследованы 50-ти процентные водные дисперсии сополимеров). Электроакустический метод позволяет оперативно измерить дзета-потенциал дисперсных систем, определить их стабильность и изоэлектрические точки.

С помощью одновременного применения акустического и электроакустического метода были исследованы зависимости размеров частиц от концентрации дисперсной фазы, кислотности среды и от времени; определены наиболее стабильные образцы дисперсий.

L11 ОСОБЕННОСТИ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ EXAFS НАНОЧАСТИЦ В ОБЛАСТИ РАЗМЕРОВ 1-10 НМ.

Кочубей Д.И.

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

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

Рассматриваются проблемы аттестации методик измерения структурных параметров наночастиц размерами 1-10 нм методом EXAFS, включая проблему получения стандартных образцов.

Показано что образцы сравнимые по размерам с исследуемыми не могут использоваться в качестве стандартов. Показано наличие сильной зависимости структуры и электронного состояния от соотношения количества поверхностных и объемных атомов для металлов.

Атомы, находящиеся на поверхности имеют амплитуды тепловых колебаний существенно превышающие таковые для атомов в объеме, также в ряде случаев происходит уменьшение межатомных расстояний между поверхностными атомами. Это приводит к невозможности использовать такие образцы в качестве стандартов для определения координационных чисел.

Требование электронейтральности для оксидных частиц приводит к существенному искажению их строения.

Наиболее пригодными для использования в качестве стандартов являются пленки массивных фаз. Ограничениями на выбор стандартов является требование к отсутствию близких между собой межатомных расстояний (металлы с гексагональной упаковкой) и отсутствию линейных цепочек атомов. Рассмотрены ограничения на форму стандартных образцов.

L12 ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДАМИ МАЛОУГЛОВОГО И ДИНАМИЧЕСКОГО РАССЕЯНИЯ

Ремпель А.А.

Институт химии твердого тела УрО РАН,
620990, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91.
e-mail: rempel@ihim.uran.ru

Наночастицы и квантовые точки (КТ) являются актуальными объектами многочисленных исследований, поскольку обладают уникальными каталитическими и люминесцентными свойствами [1, 2]. Наночастицы перспективны в катализе для получения водорода, для очистки воды от органических примесей, реакциях органического синтеза, а КТ перспективны для цветных биометок, солнечных элементов и лазеров. За последние два



десятилетия методики синтеза наночастиц и КТ в токсичных органических средах разработаны для многих халькогенидов. Впервые стабильный нетоксичный водный раствор наночастиц и КТ удалось получить лишь недавно [3].

Для оптимизации условий синтеза и регулирования практически важных свойств наночастиц необходимо иметь детальную информацию о размерах наночастиц. В связи с этим, в данной работе на примере стабильного водного раствора КТ сульфида кадмия размер частиц определялся методами малоуглового рассеяния и динамического рассеяния света. Результаты, полученные разными методами, сравнивались между собой для того, чтобы получить адекватную картину об ошибках измерений и возможностях используемых методов.

Измерение размеров наночастиц дисперсной фазы проводилось различными методами как непосредственно в водном растворе («мокрые» наночастицы) после синтеза, так и после центрифугирования с последующим высушиванием («сухие» наночастицы).

Малоугловое рассеяние рентгеновских лучей на мокрых наночастицах благодаря высокому контрасту между электронной плотностью наночастиц CdS и электронной плотностью органической оболочки, а также между электронной плотностью дисперсной фазы и дисперсионной среды позволило определить диаметр (около 3 нм) кадмий-сульфидного ядра мицеллы [4]. Малоугловое рассеяние нейтронов на мокрых наночастицах, синтезированных в тяжелой воде, благодаря высокому контрасту между сечением рассеяния органической оболочки и сечением рассеяния дисперсионной среды (D_2O) позволило достаточно точно определить толщину (около 1 нм) органической оболочки, а также подтвердить диаметр наночастицы CdS, определенный с помощью малоуглового рассеяния рентгеновских лучей.

Для исследования мицелл непосредственно в растворе методом динамического рассеяния света детектор рассеянного излучения располагался под углом 173° . Изучение функции распределения рассеивающих центров по размерам показало, что наибольшее число мицелл в растворе имеет размер около 15 нм. Измеренный дзета-потенциал наночастиц варьировался в пределах от -75 до -20.5 мВ, что подтвердило стабильность раствора и низкую степень коагуляции.

Визуализация сухих наночастиц проводилась методом полуконтактной атомно-силовой микроскопии (пк-АСМ). По результатам измерения 750 малых наночастиц был определен их средний размер 2.9 нм, среднеквадратичное отклонение составило 1.3 нм [5]. Гистограмма распределения наночастиц по размерам была аппроксимирована функцией нормального распределения с максимумом функции распределения 2.6 нм.

Дифрактограмма порошка сухих наночастиц CdS соответствуют неупорядоченной плотноупакованной структуре CdS с пространственной группой $P6$ и параметрами решетки $a=238$, $c=330$ пм. Профильный анализ трех основных рефлексов этой структуры (001), (100) и (101) позволил точно измерить уширения, вызванные малым размером частиц CdS. Размер областей когерентного рассеяния, определенный по формуле Шеррера и усредненный по трем рефлексам, составил около 4 нм, что подтверждает результаты, полученные малоугловым рассеянием рентгеновских лучей и нейтронов непосредственно в водном растворе. Таким образом, можно заключить, что ядро мицеллы CdS представляет собой монокристаллическую наночастицу CdS.

Таким образом, измерение размеров и распределения по размерам непосредственно в стабильном растворе показали,

что агрегат мицеллы состоит из наночастицы CdS и имеет средний диаметр около 3 нм, органическая оболочка имеет толщину около 1 нм, а в свою очередь сольватная оболочка - около 5 нм. Таким образом, средний размер мицелл в водном коллоидном растворе CdS, полученном по реакциям (1) и (2) составляет около 15 нм. На основе экспериментальных данных построена модель структуры двухоболочечной мицеллы CdS и предложены механизмы ее стабилизации в водном растворе ЭДТА.

Автор благодарен А. Мадерлю (A. Magerl), Н.С. Кожевниковой, С.В. Ремпель, В.Я. Шуру и С.Ю. Бершицкому за проведение совместных экспериментов и обсуждение результатов. Работа выполнена при частичной финансовой поддержке в рамках проекта РФФИ 12-03-00257 и проекта УрО РАН 12-П-234-2003, выполняемого по программе Президиума РАН № 24 "Фундаментальные основы технологий наноструктур и наноматериалов".

1. Ремпель А.А. Успехи химии. 2007. Т. 76. № 5. С. 474.
2. Ремпель А.А., Кожевникова Н.С., Ремпель С.В. Изв. АН. Сер. Хим. 2013. Т.80. № 2. С. 1-5.
3. Н.С. Кожевникова, А.С. Ворох, А.А. Ремпель, Журн. общ. химии. 2010. Т. 80. С. 365.
4. Rempel A. A., Magerl A. In: XIX Национальная конференция по использованию синхротронного излучения СИ-2012 / Книга тезисов (г. Новосибирск, 25-28 июня 2012 г.). Новосибирск: Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН – Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения, 2012. С.121.
5. С.В. Ремпель, А.А. Разводов, М.С. Небогатиков, Е.В. Шишкина, В.Я. Шур, А.А. Ремпель, Физика твердого тела. 2013. Т. 55. С. 567.

Д13 МЕТРОЛОГИЯ И ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТИ

Светличный В.А., Лапин И.Н.

Сибирский физико-технический институт
Томского государственного университета
v_svetlichnyi@bk.ru

Лазерная абляция объемных мишеней в жидкости – уникальный метод получения дисперсий наночастиц широкого круга материалов от органики до металлов и керамики в любых чистых растворителях без использования дополнительных химических реагентов. Коллоидные растворы, полученные таким способом, применяются там, где нужны высокочистые ультрадисперсные материалы с активной поверхностью – медицина и биология, катализ, электроника, сенсорика.

В докладе рассматриваются физические основы лазерной абляции, как метода синтеза дисперсий наночастиц и примеры его практической реализации на конкретных материалах. Приведена оригинальная установка для непрерывного синтеза коллоидных растворов наночастиц металлов данным методом с оптическим контролем концентрации наночастиц, разработанная и запатентованная авторами. Обсуждены наблюдаемые зависимости размеров формируемых частиц благородных металлов от теплофизических параметров мишени и растворителя, характеристик лазерного излучения. Рассмотрены возможности и способы управления размером частиц в процессе синтеза.



Приведены результаты исследования размерных характеристик и структуры наночастиц, оптических свойств коллоидных растворов, их стабильности и биотоксичности. Рассмотрены существующие методы и методики исследования для характеристики размеров и состава, а также важных функциональных свойств таких материалов в зависимости от области их применения. Обсуждена необходимость разработки специальных методик измерений и возникающие при этом сложности. В частности, обсуждаются различные методы оценки размерных характеристик нанообъектов в коллоидных растворах (электронная микроскопия, рассеяние света, оптическая спектроскопия, акустические методы). Рассматривается влияние пробоотбора и пробоподготовки на исследуемые нанообъекты и, следовательно, на результаты анализа. Обосновывается выбор методов анализа в зависимости от области практического использования наноматериалов.

Обсуждена возможность управляемого синтеза частиц сложного состава при лазерной абляции путем изменения характеристик эксперимента – использование в качестве мишеней сплавов, последовательная и одновременная абляция различных материалов (получение частиц типа ядро-оболочка, «сплавных» частиц), выбор растворителей, изменение их температуры, использование специальных прекурсоров для химической модификации получаемых наночастиц. Приведены результаты работы по получению полупроводниковых оксидных и сульфидных частиц при абляции объемных мишеней металлов второй группы (Zn, Cd) в коллоидных растворах и получение на их основе композитных материалов.

Рассмотрены конкретные примеры практического использования коллоидных растворов наночастиц, полученных авторами методом лазерной абляции объемных мишеней в жидкости в различных областях:

- в качестве функциональных добавок в косметологии – наполнители для кремов и лосьонов («серебряная» и «золотая» косметика) с длительным бактерицидным действием и эффектом «разглаживания» морщин;
- антимикробные и антибактериальные добавки в полимерные материалы (наночастицы ZnO, Ag), в том числе биоразлагаемые полимеры (наночастицы Ag);
- материалы для катализа – наночастицы Pd, Au, Ag, Pt на пористом носителе диоксида кремния для каталитического окисления CO;
- метки для исследования путей распространения и накопления наноматериалов в биологических системах (почва – растения, водоемы – водные растения – живые организмы) – Ni, Pt;
- фотокаталитические системы для разложения органических экотоксикантов (ZnO, CdS, Au, Ag), взаимодействие органических и биологических сред с наночастицами при фотооблучении, в том числе лазерном;
- активация электродных систем (Ag, Au, Ni, Cu) для анализа малых концентраций органических веществ электрохимическими методами (вольтамперометрия);
- нелинейно-оптические свойства наночастиц, полученных методом лазерной абляции (генерация второй гармоники в золотых наночастицах, нелинейное поглощение наночастиц Au, CdS);
- активные материалы для медицины – магнитные частицы (оксид железа), наночастицы золота для термолиза, наночастицы серебра для бактерицидных повязок и растворов.

Д14 РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДИАМЕТРА НАНОЧАСТИЦ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ДИОКСИДА ТИТАНА, ДИОКСИДА КРЕМНИЯ И ОКСИДА ЦИНКА.

Лизунова А.А., Ефимов А.А., Волков И.А.,
Иванов В.В.

ООО «МЦ РОСНАНО»

Московский физико-технический институт
anna.lizunova@gmail.com

Интенсивное развитие нанотехнологий, и широкое применение наночастиц оксидов металлов и неметаллов требует развития новой метрологической базы для контроля качества измерений. В том числе, создание стандартных образцов на основе наночастиц SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZnO (по данным организации экономического сотрудничества и развития OECD) является потребностью субъектов nanoиндустрии и потребителей продукции в обеспечении безопасности при производстве, использовании, транспортировке и утилизации продукции с применением нанотехнологий и наноматериалов.

В работе представлены экспериментальные результаты по разработке стандартных образцов коллоидных растворов диаметров наночастиц оксида алюминия (ГСО Al₂O₃ –МЦ РОСНАНО), диоксида титана (ГСО TiO₂ –МЦ РОСНАНО), диоксида кремния (ГСО SiO₂ –МЦ РОСНАНО), оксида цинка (ГСО ZnO –МЦ РОСНАНО) и их утверждении типа как государственных стандартных образцов. За аттестованные параметры коллоидных растворов приняты среднечисленный диаметр и средний гидродинамический диаметр наночастиц, определенные методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и динамического рассеяния света (ДРС) соответственно.

Коллоидные растворы наночастиц диоксида титана и оксида алюминия разработаны на основе сухих порошков соответствующих материалов, приготовленных методом лазерного испарения и конденсации (ИЭФ УрО РАН, Екатеринбург); коллоидные растворы наночастиц оксида кремния (Ludox, Grace Davison) и оксида цинка (Sigma Aldrich) – из коммерческих суспензий с высокой концентрацией наночастиц. Приготовление растворов проводилось по отработанному технологическому регламенту, включающему разбавление растворителем, ультразвуковое диспергирование, центрифугирование, стабилизацию поверхностно-активными веществами.

Эксперименты по определению метрологических характеристик, оценке степени однородности, краткосрочной и долгосрочной стабильности коллоидных растворов проводились по аттестованным методикам измерений. В качестве дополнительной информации в паспортах на стандартные образцы присутствует информация о pH, дзета-потенциале, параметрах распределения численной доли частиц по размерам. Срок годности экземпляра СО составляет 1 год.

По результатам проведенных исследований была выпущена первая партия стандартных образцов утвержденного типа с метрологическими характеристиками и номерами в государственном реестре, представленными в Таблице 1. Разработанные стандартные образцы диаметра наночастиц предназначены для градуировки и калибровки средств измерений размеров наночастиц, метрологической аттестации и контроля точности методик, поверки и испытаний средств измерений, использования в качестве



модельных тест-объектов при установлении гигиенических нормативов безопасности наноматериалов и нанотехнологий в ходе медико-биологических испытаний.

Таблица 1. Метрологические характеристики партии №1.

Параметр/материал	Al ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	ZnO
№ ГСО	10147-2012	10144-2012	10145-2012	10146-2012
Среднечисленный диаметр (D _{гсм}), нм	16,1	14,3	22,7	20,0
Расширенная неопределенность D _{гсм} , нм	2,8	2,6	4,0	3,4
Гидродинамический диаметр (D _{дс}), нм	68,3	45,3	27	39,8
Расширенная неопределенность D _{дс} , нм	6,0	4,8	2,4	3,4

Л15 ПРИМЕНЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИНФОРМАТИВНОСТИ И КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В ФЛУОРОМЕТРИИ

А.Д. Левин¹, В.А. Прибытков²

¹Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»), 119361, Москва, Озерная, 46
levin-ad@vniiofi.ru

²В.А. Прибытков, ООО «Кортэк», 119361, Москва, Озерная, 46

За последние 20 лет флуоресцентная спектроскопия превратилась в широко используемую технологию качественного и количественного анализа веществ и материалов. В связи с этим существенно возросли требования к точности и достоверности измерений в флуориметрии. Для получения аппаратно-независимых спектров флуоресценции необходима калибровка каналов возбуждения и эмиссии спектрофлуориметров, которая выполняется либо с помощью эталонных излучателей и фотоприемников, либо с помощью стандартных образцов на основе флуоресцентных красителей. Оба подхода имеют определенные ограничения. В ФГУП «ВНИИОФИ» разработан метод калибровки флуоресцентных приборов, основанный на использовании зависимости от длины волны λ сечения рассеяния света на диэлектрических коллоидных наночастицах сферической формы. Эта зависимость хорошо описывается теорией Ми, переходящей при $a \ll \lambda$ (в теорию Релея). В лекции рассматриваются особенности спектров рассеяния и поглощения света для различных видов наночастиц и возможность получения из этих спектров информации об оптических характеристиках наночастиц (в том числе о действительной и мнимой частях показателя преломления). Сопоставление экспериментального и теоретического спектров рассеяния дает возможность вычислить функцию спектральной коррекции для калибруемого спектрофлуориметра. Приводятся результаты работ по созданию на этой основе принципиально новых стандартных образцов для флуориметрии на основе наночастиц двуокиси кремния.

Перспективным материалом для стандартных образцов флуоресценции являются коллоидные растворы квантовых точек (КТ). КТ также представляют интерес в качестве флуоресцентных меток и зондов, особенно при исследовании

биологических объектов. В связи с этим в лекции рассматриваются флуоресцентные свойства КТ в различных растворителях, зависимость спектров флуоресценции от геометрических параметров, особенности измерения квантового выхода флуоресценции для КТ.

Рассматриваются также расширение аналитических возможностей флуоресцентного спектрального анализа с помощью наноструктур, в частности, увеличения диапазона определяемых концентраций за счет усиления флуоресценции вблизи металлических поверхностей (surface enhanced fluorescence), а также современные оптические наносенсорные системы, основанные на флуоресценции.

Л16 АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ИНИЦИАТИВЫ РОССИИ

Крутиков В.Н., Андрющечкин С.Е.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»
sandr@vniiofi.ru

В настоящее время нанотехнологии являются фундаментом научно-технической революции XXI века, одним из наиболее перспективных и востребованных направлений науки, технологий и промышленности в индустриально развитых странах. Активный раздел мирового рынка в этой сфере уже начался, к 2015 году объем рынка нанопродукции возрастет до 1,2-1,5 трлн. долларов США. Сегодня Россия еще значительно отстает от мировых нанотехнологических лидеров - США, Японии, стран Евросоюза по абсолютным показателям развития науки, технологий, степени промышленного освоения и коммерциализации разработок наноиндустрии. Россия более чем в 10 раз уступает США по числу нанотехнологических центров.

Формирование и развитие современной инновационной инфраструктуры представляется важнейшей задачей, так как переход России на путь модернизации в жестких условиях международной конкуренции возможен только при эффективной реализации ее научно-технологического потенциала и экономических преимуществ. На это направлена президентская инициатива «Стратегия развития наноиндустрии» и программа «Развитие наноиндустрии в Российской Федерации до 2015 года».

На первом этапе (до 2011г.) реализации Стратегии и Программы создана национальная нанотехнологическая сеть – современная инфраструктура, обеспечивающая конкурентоспособность российского сектора исследований и разработок в области наноиндустрии. Ведущие научно-исследовательские и образовательные организации России оснащены современным аналитическим и технологическим оборудованием. Такое оборудование позволит этим организациям осуществлять научно-техническую и образовательную деятельность на уровне мировых стандартов. Созданы и успешно функционируют инфраструктура головных организаций наноиндустрии, а также отраслевые и региональные отделения Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии, аккредитованные в системе ГОСТ Р. Созданы



метрологические комплексы, методики измерения, отраслевые и государственные стандартные образцы в области наноматериалов и нанотехнологий. В результате международных сличений созданы межгосударственные стандартные образцы.

На втором этапе реализации Стратегии и Программы (2012–2015 годы) необходимо обеспечить условия для эффективного функционирования и дальнейшего развития национальной нанотехнологической сети, позволяющего осуществлять масштабное наращивание объема производства продукции, в том числе за счет формирования отраслевых и территориальных научно-производственных кластеров, ориентированных на создание, производство и продвижение продукции наноиндустрии на рынки высоких технологий. В настоящее время в России функционируют более 500 организаций, деятельность которых связана с нанотехнологиями. Более половины из них занимаются производством и продажей высокотехнологичной продукции. Некоторые имеют выход на международный рынок. Около 14% российских нанотехнологических компаний находятся на самом начальном этапе развития (не более 10 сотрудников, собственные активы отсутствуют). Столько же составляют крупные компании, уже зарекомендовавшие себя на рынке высокотехнологической продукции. Около 30% - небольшие компании, созданные на базе отраслевых институтов. При этом порядка 20% компаний работает в сфере нанотехнологий более 10 лет, 50% - обратили свое внимание на нанотехнологический рынок за последние несколько лет. Некоторые образцы нанотехнологической продукции изготавливаемой в России не уступают зарубежным аналогам. В большинстве случаев эта продукция производится в небольших объемах. Основные экспортеры нанотехнологической продукции – предприятия обрабатывающих производств (12.3% объема экспорта), строительные компании (13.1%) и научные организации (17.1%).

В этих условиях, актуальность вопросов о метрологическом и методическом обеспечении научного и технологического оборудования заключается в необходимости подтверждения достоверности, воспроизводимости и прослеживаемости к Государственным эталонам результатов измерений при выполнении фундаментальных и прикладных исследований в различных научных коллективах, а также при проведении сертификационных испытаний с целью оценки и подтверждения соответствия создаваемых образцов научно-технической продукции.

Сеть отраслевых и региональных отделений Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии позволяет обеспечить эффективное метрологическое и методическое обеспечение функционирования исследовательской инфраструктуры в стране и ее опережающего качественного развития за счет расширения измерительных и калибровочных возможностей, а также международного признания результатов измерений, что определяется в качестве одного из приоритетов государственной политики в реализации Государственной программы РФ «Развитие науки и технологий» на 2013-2020 годы.

Л17 ОЦЕНКА РИСКА И СЕРТИФИКАЦИЯ ВЕЩЕСТВ, МАТЕРИАЛОВ И ПРОДУКЦИИ НАНОИНДУСТРИИ

Толмачев В.В.

ФГУП УНИИМ

Рассматриваются особенности подтверждения соответствия инновационной продукции для этапов ее жизненного цикла: проектирование, производство, дистрибуция. При оценке соответствия веществ, материалов и продукции наноиндустрии на основе испытаний измеренные значения характеристик зависят как от распределения, характеризующего качество измерений, так и от распределения, описывающего вариативность технологического процесса. Подробно разбираются правила принятия решений при оценке соответствия в зависимости от значимости потенциальных рисков инновационной продукции, основанные на документе МБМВ JCGM 106:2012 "Оценка результатов измерений. Роль неопределенности измерений в области оценки соответствия"

Оценка соответствия (не только сертификация) - это любая деятельность, предпринимаемая для определения, прямо или косвенно, применяются ли для продукта, процесса, системы, лица или органа соответствующие стандарты и выполняются ли установленные требования (п.2.1 ISO/IEC 17000:2004).

При производстве инновационной продукции оценка соответствия должна проводится на всех стадиях ее жизненного цикла. Производственный контроль является частным видом оценки соответствия, который опирается на измерение в качестве основного источника информации, и содержит заключение о соответствии продукции заданным требованиям (п.4.3 ISO/IEC 17000:2004).

Основные принципы принятия решений при проверке соответствия, когда интересующую величину измеряют и ее "интервал неопределенности" сравнивают с допустимым интервалом, устанавливает ГОСТ Р ИСО 10576-1-2006.

Целью документа МБМВ JCGM 106:2012 является дальнейшее развитие подхода ГОСТ Р ИСО 10576-1-2006, а именно разработка более общей процедуры для принятия решения о соответствии на основе результатов измерений, опираясь на вероятностные распределения для выражения неопределенности и неполноты информации и связанные с неопределенностью риски.

В оценке соответствия результат измерения используют для принятия решения о том, является ли объект интереса соответствующим заданным требованиям. Этим объектом может быть, например, нанопленка или ультрадисперсный порошок.

Требование обычно формулируют в виде одной или двух границ, которые определяют интервал допустимых значений, называемый допустимым интервалом измеряемого свойства объекта. В качестве примера такого свойства можно назвать толщину нанопленки или гранулометрический состав ультрадисперсного порошка.

Если истинное значение свойства находится в пределах допустимого интервала, говорят, оно является соответствующим, или несоответствующим в противном случае. В общем случае, принятие решения о соответствии объекта будет зависеть от количества измеряемых свойств, и возможно существование одного или нескольких допустимых интервалов, связанных с своим свойством.

Также возможно несколько альтернативных решений в отношении каждого свойства, учитывая результат измерения.



Измерив свойство объекта, например, можно решить (а) принять объект, (б) отказаться от объекта, (в) выполнить повторное измерение.

В качестве модели используется объект, обладающий одним скалярным свойством с заданным требованием в виде одной или двух допустимых границ, и бинарный результат, в котором есть только два возможных состояния объекта, соответствующее или несоответствующее и два возможных последующих решения, принимать или отклонить. В дальнейшем модель может быть распространена на более общий случай.

Знание о возможных значениях измеряемой величины содержит функция плотности вероятности, или ее численное приближение, синтезируемое по данным измерений.

Такие знания выражают в виде наилучшей оценки (принятой в качестве значения измеряемой величины вместе с соответствующей неопределенностью измерений) или граничного интервала, который содержит значения измеряемой величины с установленной вероятностью охвата.

Таким образом, оценка соответствия установленным требованиям, является вопросом оценки вероятности, на основе информации, доступной после выполнения измерений.

Как правило, при измерениях интересующая измеряемая величина сама не наблюдается. Толщину нанопленки, например, невозможно непосредственно наблюдать, но можно наблюдать индикацию средства измерения, которое взаимодействует с нанопленкой.

Это означает, что модель измерения, корректно описывающая передачу информации о толщине нанопленки, должна включать эффекты воздействия влияющих величин, таких как тепловое расширение нанопленки и калибровка средства измерения.

В оценке соответствия решение принятия/отклонения основано на наблюдаемых данных (например, измеренные значения величин), которые приводят к выводам относительно возможных значений ненаблюдаемых величин. Из-за неопределенности в измерениях всегда есть риск неправильно решить, является ли объект соответствующим заданным требованиям на основе измеренного значения свойства объекта.

Такие неправильные решения бывают двух типов: объект принимают как соответствующий, хотя на самом деле может быть несоответствующим, и объект отклоняют как несоответствующий, хотя на самом деле может быть соответствующим.

Вводя интервал принимаемых допустимых измеренных значений измеряемой величины, можно сбалансировать риск неправильного принятия/отклонения решения, связанный с неопределенностью измерений, таким образом, чтобы свести к минимуму последствия, связанные с таким неправильным решением.

Подробно рассматриваются задачи вычисления вероятности соответствия конкретного изделия нанопленки и задачи вычисления вероятности двух типов неправильных решений на основе функции плотности вероятности для измеряемой величины для заданных допустимых границ и границ интервала принятия.

Выбор допусков и границ принятия являются деловыми или политическими решениями, которые зависят от последствий, связанных с отклонениями от предполагаемого качества продукции. Однако рассмотрение природы таких решений выходит за рамки доклада.

Д18 ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ, УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ, УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА И ДИАМЕТРА ПОР НАНОПОРИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

Собина Е.П.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский
институт метрологии»,

sobina_egor@uniim.ru

Одним из важнейших показателей работоспособности и качества применяемых нанопористых сорбентов и катализаторов в промышленности являются величины сорбционных свойств, такие как удельная адсорбция, удельная поверхность, удельный объем и диаметр пор [1]. Для контроля точности измерений данных параметров необходимы стандартные образцы (СО) утвержденных типов. В настоящее время в России для этих целей применяются дорогостоящие СО зарубежного производства. Для обеспечения единства измерений в данной области в ФГУП «УНИИМ» проводятся исследования по разработке эталонной установки для воспроизведения единицы удельной адсорбции твердыми веществами и материалами. В основу работы установки положен объемный (газоадсорбционный) метод [1, 2]. Расчет сорбционных характеристик: удельная поверхность, удельный объем пор, диаметр пор проводится на основе результатов измерений изотерм адсорбции и десорбции, которые представляют собой зависимости удельной адсорбции газа от относительного давления этого газа. Изотермы адсорбции и десорбции газов твердыми веществами и материалами строятся на основе результатов измерений встроенных в установку трех эталонных датчиков давления и температуры. Температура в установке измеряется с помощью эталонной термометра сопротивления с абсолютной погрешностью $\pm 0,02$ °C. Метрологические характеристики встроенных в установку датчиков давления имеют предел измерений давления от 0,133 до 133,3 кПа, пределы допускаемой относительной погрешности измерений от $\pm 0,12$ % до $\pm 0,15$ % в зависимости от диапазона измерений.

Оценивание характеристик неопределенности результатов измерений проводилось с учетом точности встроенных в установку датчиков, а также анализа процедуры и уравнения измерений. Проведенный анализ показал, что точность измерений удельной адсорбции зависит от инструментальных, методических источников неопределенности результатов измерений, а также неопределенности фундаментальных констант и внешних условий окружающей среды. К инструментальным источникам относятся неопределенность величин, входящих в уравнение измерений: масса, давление, температура, внутренний калиброванный объем установки. К методическим составляющим неопределенности результатов измерений относятся условия подготовки пробы к анализу (температура, время и давление термотренировки), время контакта образца с атмосферой после термотренировки и др. Другим источниками неопределенности результатов измерений являются константы, используемые в расчетах: коэффициент неидеальности азота, число Авогадро, молярный объем, плотность азота, площадь занимаемая одной молекулой азота и др. Анализ уравнения измерений показал, что функция измерения не линейна, вклады в неопределенность измерений не являются величинами одного порядка. В таких случаях более подходящим и



удобным для применения является метод Монте Карло (ММК). В связи с этим, в рамках выполненных исследований проводили оценку неопределённости результатов измерений на основе метода Монте-Карло по [4] и в соответствии с “Руководством по выражению неопределённости измерения” (GUM), изложенным в [3].

В работе показано, что основной вклад из инструментальных источников неопределённости вносят точности результатов измерений давления и объема. Причем с ростом относительного давления P/P_0 преобладающим источником неопределённости является точность измерений давления. Оценки неопределённости по методу ММК в некоторых точках диапазона в 1,5 раза меньше по сравнению GUM. Измерительные возможности эталонной установки единицы удельной адсорбции газов твердыми веществами и материалами подтверждены при участии в межлабораторной аттестации нанопористого диоксида титана TiO_2 , по результатам которого получено положительное экспертное заключение, выданное BAM (Германия). Для передачи размера единиц от разработанной эталонной установки средствам измерений проводятся работы по разработке СО на основе нанопористых кременезема и диоксида титана.

Литература

1. Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1999
2. Paul A. Webb and Clyde Analytical Methods in Fine Particle Technology. 1997. Micromeritics corporation.
3. ГОСТ Р 54500.1-2011/ Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 Неопределённость измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределённости измерения
4. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло – ISO/IEC Guide 98-3:2008/Suppl 1:2008- Перевод с англ. СПб.: ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 2010

Л19 ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЕТЕНТНОСТИ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

Шишова И.В.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
shishovaiv@mail.ru

Аккредитация испытательных лабораторий, осуществляющих измерение и испытания нанопродукции и наноматериалов – средство подтверждения их технической компетентности в проведении конкретных видов испытаний. Аккредитация испытательной лаборатории обеспечивает официальное признание результатов испытаний, полученных испытательной лабораторией, облегчая тем самым клиентам поиск и выбор надежных услуг в сфере испытаний, удовлетворяющих их требованиям. В соответствии с Постановлением Правительства РФ (1) установлено, что Федеральная служба по аккредитации (Росаккредитация) является федеральным органом исполнительной власти, осуществляющим функции по формированию единой национальной системы аккредитации и осуществлению контроля за деятельностью аккредитованных лиц. Аккредитация лабораторий проводится в соответствии с Постановлением Правительства Российской Федерации № 602 (2) на соответствии испытательной лаборатории ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009(3) и критериев аккредитации(4).

Подтвержденная аккредитацией компетентность испытательных лабораторий дает возможность решить ряд важных вопросов: обеспечение потребности в получении достоверных данных о составе и свойствах нанопродукции и наноматериалов; обеспечение единства измерений при выполнении аналитических работ; создание условий для сопоставимости результатов измерений.

Основными критериями аккредитации испытательных лабораторий:

- наличие в испытательной лаборатории системы менеджмента качества и соблюдение в деятельности лаборатории требований системы менеджмента качества, которые должны быть установлены в руководстве по качеству испытательной лаборатории в виде единого документа или в виде совокупности документов;
- обязательное наличие нормативных правовых актов, документов в области стандартизации, правил и методов исследований (испытаний) и измерений, в том числе правил отбора образцов, и иных документов в соответствии с областью аккредитации испытательной лаборатории;
- необходимость наличия у работников испытательной лаборатории, непосредственно выполняющих работы по подтверждению соответствия в области аккредитации: высшего, среднего профессионального или дополнительного профессионального образования по профилю, соответствующему области аккредитации, стажа работы по подтверждению соответствия в области аккредитации, указанной в аттестате аккредитации, не менее трех лет.
- а также наличие по месту осуществления деятельности в области аккредитации на праве собственности или на ином законном основании, предусматривающем право владения и (или) пользования, помещений, испытательного оборудования, средств измерений и стандартных образцов, соответствующих требованиям законодательства Российской Федерации об обеспечении единства измерений, а также иных технических средств и материальных ресурсов, необходимых для осуществления работ в соответствии требованиями нормативных правовых актов, документов в области стандартизации, правил и методов исследований (испытаний) и измерений, в том числе правил отбора образцов, и иных документов, указанных в области аккредитации. в заявлении об аккредитации или в аттестате аккредитации

Литература

1. Постановление правительства РФ от 17.10.2011 № 845 «О Федеральной службе по аккредитации»
2. Постановлением Правительства РФ № 602 (2). от 19.06.2012 г. «Об аккредитации органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров), выполняющих работы по подтверждению соответствия, аттестации экспертов по аккредитации, а также привлечении и отборе экспертов по аккредитации и технических экспертов для выполнения работ в области аккредитации»
3. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к испытательным и калибровочным лабораториям
4. Приказ МИНЭКОНОМРАЗВИТИЯ РФ № 682 от 16.10.2012г. «Об утверждении Критериев органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров) и требований к ним»



Л20 ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В РАБОТЕ АККРЕДИТОВАННЫХ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

Козлова Н.С., Петржик М.И., Левашов Е.А.,
Бычкова М.Я., Быкова М.Б., Гореева Ж.А.,
Диденко И.С.

НИТУ «МИСиС»

119049, Москва, Ленинский пр-т, 4

тел.:(495) 638-45-60. E-mail: kozlova_nina@mail.ru

В настоящее время в научных и испытательных лабораториях используется сложное, высокоточное оборудование. Для метрологически корректных измерений и дальнейшей достоверной интерпретации полученных результатов необходимо наличие: поверенного или калиброванного оборудования; стандартных образцов; аттестованных методов измерений.

Роль стандартных образцов (СО) для обеспечения единства измерений, установления метрологической прослеживаемости результатов измерений, сопоставимости результатов измерений в испытательных лабораториях трудно переоценить, особенно после вступления в силу Федерального закона РФ № 184-ФЗ «О техническом регулировании» в 2002 г. и Федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» в 2008 г. Эффективность метрологического контроля, контроля стабильности и точности результатов измерений с применением контрольных карт Шухарта (ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002), а в итоге контроля достоверности получаемых результатов напрямую связаны с уровнем обеспечения лабораторий СО. Важное значение имеет и обоснованность методических приёмов (способов) применения СО.

Аккредитованные испытательные лаборатории НИТУ «МИСиС»: «Испытательная лаборатория функциональных покрытий (ИЛФП)» и «Монокристаллы и заготовки на их основе» (ИЛМЗ) имеют многолетний практический опыт проведения испытательных работ, разработки, создания, выбора и применения СО.

В ИЛФП в рамках г/к № 154-6/334 был создан метрологический комплекс для измерения механических и трибологических свойств наноматериалов. При создании метрологического комплекса решались две основные проблемы: разработка и аттестация МВИ на высокоточных приборах, какими являются нанотвердомер «Nano-Hardness Tester» и трибометр «Tribometer» фирмы CSM (Швейцария); разработка, создание и утверждение типа Государственных стандартных образцов (ГСО), предназначенные, в соответствии с ГОСТ 8.315-97 ГСИ, для поверки/калибровки, градуировки средств измерений, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний, в том числе с целью утверждения типа; разработки новых методик измерений (далее – МВИ); метрологической аттестации МВИ.

Были разработаны, аттестованы и внесены в Госреестр три МВИ; созданы и внесены в Госреестр: «ГСО модуля упругости наноматериалов с аттестованным значением 202 ГПа» и комплект ГСО, состоящий из двух: «ГСО коэффициента трения скольжения нанокристаллического материала» (ГСО КТ-НКМ-0,25) и (ГСО КТ-НКМ-0,65), проявляющие коэффициент трения в различных диапазонах. Созданные ГСО, позволяют решать проблемы метрологического обеспечения измерений, обеспечивать контроль стабильности измерений механических свойств наноматериалов и продукции наноиндустрии. Успешно используются для калибровки и юстировки высокоточных приборов.

ИЛМЗ специализируется на испытании специфических объектов, таких как оптические материалы высокого оптического качества для различных применений. Для всех МВИ, которые используются в лаборатории, разработаны стандартные образцы предприятия (СОП) с полной метрологической проработкой в соответствии с ГОСТ 8.315-97. Для ряда МВИ (показателя преломления, аномального двулучепреломления, диффузного отражения и пропускания) с целью контроля стабильности и установления прослеживаемости результатов измерений необходимо использование нескольких СОПов. В качестве примера можно привести МВИ показателя преломления. На практике чаще приходится сталкиваться с анизотропными двулучепреломляющими материалами с различными соотношениями показателей преломления обыкновенного и необыкновенного лучей (положительный или отрицательный материал). Этот факт и обусловил потребность разработки нескольких СОПов.

Рассмотрены и другие примеры необходимости разработки и применения СОПов для реализации прослеживаемости результатов измерений. При этом каждая методика в зависимости от специфики измерений требует индивидуального подхода к выбору и разработке СО.

Опыт работы лабораторий показал, что ГСО и СОПы необходимы также для юстировки оборудования при смене режимов работы и решения спорных вопросов при возникновении претензий заказчиков к результатам измерений.

Л21 ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИЙ ЛАБОРАТОРИЙ ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Шпаков С.В.

ФГУП «УНИИМ», E-mail: spakov@uniim.ru

В современном мире постоянно возрастает значение результатов измерений из-за быстрого развития технологий и возникновения информационного общества.

Поставщиками результатов измерений являются испытательные лаборатории, компетентность которых подтверждается путем аккредитации.

Одним из критериев компетентности лабораторий и подтверждения достоверности выдаваемых ими результатов измерений в соответствии с международным стандартом [1] является участие лабораторий в программах проверках квалификации (proficiency testing) посредством межлабораторных сравнительных испытаний (interlaboratory comparisons).

Согласно основному действующему международному стандарту по этому вопросу [2] проверкой квалификации лабораторий называют проверку их деятельности по заранее установленным критериям путем межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ). В свою очередь, МСИ – это организация, выполнение и оценка измерений или испытаний одних и тех же или подобных образцов в двух или большем числе лабораторий в соответствии с заданными условиями.

В промышленно развитых зарубежных странах проверки квалификации уже на протяжении нескольких десятилетий активно используют для демонстрации лабораториями своей компетентности. Их осуществляют провайдеры проверок квалификации – организации, компетентные в этом виде



деятельности, зачастую эти программы носят международный характер. Ведущие международные структуры в области вопросов стандартизации, компетентности лабораторий рассматривают проверки квалификации как основной способ проверки деятельности лабораторий.

В нашей стране внедрение проверок квалификации лабораторий под руководством федерального органа исполнительной власти (на тот момент – Госстандарта России) начато в конце прошлого века. Для нормативного и организационного обеспечения деятельности по МСИ назначен научно-методический центр по организации и проведению МСИ (НМЦ МСИ) – ФГУП «УНИИМ». За прошедшие годы при участии ФГУП «УНИИМ» проведен следующий комплекс основных работ по внедрению проверок квалификации лабораторий посредством МСИ на территории как РФ, так и стран СНГ.

Разработан и постоянно обновляется с учетом международных документов (стандартов ИСО, рекомендаций ИЛАК) комплекс национальных и межгосударственных документов по вопросам проверок квалификации лабораторий.

Международным стандартом [2] предъявлены требования к компетентности провайдеров проверок квалификации. В России начиная с 2001 г. ведутся планомерные работы по проверке компетентности провайдеров проверок квалификации лабораторий (далее – провайдеров).

Определен порядок проверки компетентности провайдеров (последняя версия утверждена приказом Росстандарта от 20.12.2011 г. № 6390, приложение 3). С целью признания компетентности провайдеров создана и функционирует под председательством заместителя Руководителя Росстандарта Рабочая комиссия по признанию компетентности провайдеров.

В настоящее время признана компетентность 25 провайдеров, 5 из них признаны в 2012 г. Каждому провайдеру выдано свидетельство установленного образца, удостоверяющее его соответствие требованиям ИСО/МЭК 17043, к свидетельству оформлено приложение – область деятельности провайдера. Провайдеры внесены в реестр, который ведет ФГУП «УНИИМ». Реестр размещен в открытом доступе на официальном сайте института.

Ежегодно формируется и утверждается Росстандартом сводный план проведения проверок квалификации лабораторий посредством МСИ, организуемых признанными провайдерами. Утвержденный план на 2013 г. включает в себя 329 программ проверки квалификации.

Создана и функционирует Рабочая группа по вопросам МСИ при Научно-технической комиссии по метрологии Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (МГС) – РГ МСИ НТКМетр, ведение которой осуществляет ФГУП «УНИИМ». В состав РГ МСИ входят представители национальных органов 7 стран СНГ. Проведено 3 заседания Рабочей группы (2010, 2011, 2012 гг.).

По инициативе РГ МСИ в 2010–2011 году проведены первые официальные межгосударственные МСИ по определению показателей состава вод (провайдером выступил ФГУП «УНИИМ», в МСИ участвовало 118 лабораторий 5 стран СНГ). Согласован план проведения межгосударственных МСИ в 2012–2013 гг., предусматривающий реализацию провайдерами 4-х стран (Республика Беларусь, Кыргызская Республика, Россия, Украина) своих программ проверок квалификации.

В соответствии с решением 41-го заседания МГС (23–24 мая 2012 г., г. Алматы) на официальном сайте ФГУП «УНИИМ»

(www.uniim.ru) создана страница, посвященная деятельности по проверкам квалификации лабораторий в странах СНГ.

Одним из важных результатов деятельности РГ МСИ стала разработка стратегии организации проверок квалификации лабораторий стран СНГ.

К сожалению, такая передовой области измерений, как измерения в области нанотехнологий и наноиндустрии, совершенно в недостаточной степени охвачена передовыми процедурами, связанными с проверками квалификации лабораторий. Как представляется, последние научные и технологические достижения в области нанотехнологий (разработка новых методов измерений, утверждение методик измерений, работы в области разработки стандартных образцов и т.п.) позволяют активизировать внедрение проверок квалификации в практику демонстрации своей компетентности лабораторий, работающих в этом направлении.

Список литературы

- [1] ИСО/МЭК 17025:2005 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»
- [2] ИСО/МЭК 17043:2010 «Оценка соответствия – Общие требования для проверки квалификации»

Л22 СИСТЕМА ПРОИЗВОДСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ ПРЕДПРИЯТИЙ. РОЛЬ ПРОЦЕССОВ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

Степанов А.С.

ФГУП «УНИИМ», eco224@uniim.ru

Процесс формирования наноиндустрии в XXI веке вышел на заключительный этап – вводятся в действие производственные предприятия и участки, выпускающие готовую нанопродукцию для различных потребителей. Нанопродукция является товаром с высокой добавленной стоимостью, применяется в критических технологиях, что обуславливает высокие требования к ее качеству, в том числе разумное отсутствие классификации по сорту [1, 2]: нанопродукция – должна быть только «высшего» сорта.

Высокое качество нанопродукции требует от производителей нового взгляда на систему производственного контроля предприятий с целью повышения результативности и эффективности производств, путем минимизации рисков, связанных с получением партий некондиционной продукции, с повреждением дорогостоящего производственного оборудования, с нарушением сроков поставки нанопродукции.

Система производственного контроля предприятий работает на основе измерительной информации о каждом производственном процессе, среди которых ключевые:

- проверка соответствия требуемых для производства сырьевых, энергетических и прочих ресурсов предъявляемым требованиям – входной контроль;
- проверка соответствия произведенной партии продукции установленным требованиям перед отгрузкой потребителю – выходной контроль.

Измерительная информация для этих процессов формируется как результаты измерений (испытаний), получаемые по соответствующим методикам измерений (испытаний), разработка которых обычно проводится при выполнении НИОКР по разработке продукции, технологий, создании небольших опытных участков. При этом объектом



измерений (испытаний) для большинства методик является образец, конечная проба нанопродукции, что подразумевает отсутствие в разработанных документах на методики измерений (испытаний) разделов, регламентирующих процессы отбора и подготовки образца (лабораторной пробы) от партии нанопродукции [1, 3-5]. Последние принято регламентировать отдельными документами как методики отбора и подготовки проб, которые в большинстве случаев не проходят метрологических экспертизы и исследований, в отличие от методик (методов) измерений.

Давно известно, что процедуры отбора и подготовки проб от партий сырья, материалов, продукции напрямую влияют на качество измерительной информации о производственных процессах, так как они отягощены собственными источниками неопределенности (погрешности) измерений [6-9]. Вклад источников неопределенности (погрешности), связанных с отбором и подготовкой проб, может быть значительным на фоне неопределенности (погрешности) методики измерений показателей, характеризующих состав и свойства проб сырья, материалов, продукции. Высокая точность методик измерений, применяемых в nanoиндустрии, заставляет обратить повышенное внимание на методики отбора и подготовки пробы с целью организации их метрологических исследований, в рамках которых необходимо выявить источники неопределенности и получить их оценки. Это позволит сформировать общий бюджет неопределенности результатов измерений, характеризующих состав, свойства партий нанопродукции, сырья и материалов для ее производства. При необходимости предприятия смогут оптимизировать процессы отбора и подготовки пробы с целью повышения качества измерительной информации.

Решение обозначенной задачи является актуальным и в связи с недавним выходом на международном уровне документов, регламентирующих порядок использования неопределенности измерений для целей оценки соответствия объектов технического регулирования [10-11].

Видится, что подобный этап совершенствования систем производственного контроля предприятий на основе полученных знаний об общей неопределенности результатов измерений, характеризующих качество и безопасность партий сырья, материалов, нанопродукции позволит:

- оптимизировать производственные, измерительные процессы (при необходимости);
- повысить качество составления материальных балансов на предприятиях, например «сырье-продукция»;
- пересмотреть допуски, связанные с качеством и безопасностью нанопродукции;
- сформировать правила приемки партий сырья, материалов;
- сформировать правила проверки соответствия партий нанопродукции перед отгрузкой потребителю;
- выполнить требования стандартов серии ИСО 9000, связанных с постоянным улучшением системы менеджмента качества предприятия, производящего нанопродукцию [12];
- уменьшить неопределенность решений при управлении рисками в nanoиндустрии [13].

В заключении необходимо отметить, что необходимость разработки методологии отбора проб воздуха рабочей зоны, содержащего наночастицы, с целью проведения измерений показателей характеризующих его безопасность, предусмотрена стандартом по управлению риском в nanoиндустрии [14]. Данные проверки в соответствии с законодательством в России проводят при осуществлении производственного контроля за соблюдением санитарных норм и правил.

Список литературы

1. ГОСТ Р 54848-2011. Нанопорошки энергонасыщенных материалов. Общие технические требования. Методы испытаний.
2. ГОСТ Р 54473-2011. Нанопокрyтия режyщего инструмента на основе алмаза и кубического нитрида бора. Общие технические требования и методы испытаний.
3. ГОСТ Р 8.696-2010. Государственная система обеспечения единства измерений. Межплоскостные расстояния в кристаллах и распределение интенсивностей в дифракционных картинах. Методика выполнения измерений с помощью электронного дифрактометра.
4. ГОСТ Р 8.697-2010. Государственная система обеспечения единства измерений. Межплоскостные расстояния в кристаллах. Методика выполнения измерений с помощью просвечивающего электронного микроскопа.
5. ГОСТ Р 8.698-2010. Государственная система обеспечения единства измерений. Размерные параметры наночастиц и тонких пленок. Методика выполнения измерений с помощью малоуглового рентгеновского дифрактометра.
6. ГОСТ 27379-87. Топливо твердое. Методы определения погрешности отбора и подготовки проб.
7. Катерман Г., Пийперс Ф.В. Контроль качества химического анализа: Пер. с англ./ Под редакцией Карпова Ю.А. Челябинск: Металлургия, Челябинское отделение, 1989, 448 с.
8. Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю.А. Карпов, А.П. Савостин. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. – 243 с.
9. M H Ramsey and S L R Ellison (eds.) Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches Eurachem (2007). ISBN 978 0 948926 26 6. Available from the Eurachem secretariat.
10. Международный стандарт. ISO 10576-1:2003. Statistical methods. Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements. Part 1: General principles (В Российской Федерации действует идентичный по отношению к международному стандарту национальный стандарт ГОСТ Р ИСО 10576-1-2006. Статистические методы. Руководство по оценке соответствия установленным требованиям. Часть 1. Общие принципы).
11. Международное руководство. ISO/IEC Guide 98-4:2012. Uncertainty of measurement. Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment.
12. ГОСТ Р 54338-2011 Системы менеджмента качества в организациях, выпускающих нанопродукцию. Требования.
13. ГОСТ Р 54617.1-2011 Менеджмент риска в nanoиндустрии. Общие принципы.
14. ГОСТ Р 54617.2-2011 Менеджмент риска в nanoиндустрии. Идентификация опасностей.

L23 ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ: СТРУКТУРА, СВОЙСТВА, ПРИМЕНЕНИЕ

Попов А.А.

УрФУ им. Первого Президента России Б.Н.Ельцина

Рассмотрены вопросы формирования структуры и свойств в высокопрочных и жаропрочных сплавах титана. Показано, что высокопрочное состояние можно получить в сплавах за счет комбинированного воздействия термической и деформационных обработок. Как правило, высокие прочностные характеристики в этих сплавах достигаются за счет регулирования процесса выделения второй фазы созданием соответствующей дислокационной структуры пластической деформацией. К настоящему времени в промышленных условиях сплавы титана можно упрочнить до 1400-1450 МПа, а в лабораторных – до 1500-1600 МПа при удовлетворительных пластических характеристиках.



Интенсивная пластическая деформация, создавая ультрамелкозернистую структуру с границами, обладающими полями дальнедействующих напряжений, позволяет реализовать высокопрочное состояние, которое не достигается обычными методами термомеханической обработки. При этом также повышаются характеристики усталости.

Практически показано, что для однофазных сплавов можно реализовать прочность в 2-3 раза превышающую исходные значения σ_b ($\sigma_{0,2}$) в недеформированном состоянии. Так, например, если технически чистый титан обычно имеет временное сопротивление 450-500 МПа, то после интенсивной деформации с $\varepsilon=6-7$ оно достигает 1000-1100 МПа.

Однако, в тех случаях, когда обработке подвергаются легированные сплавы, эффект деформационного упрочнения существенно меньше. Последующая термическая обработка также не обеспечивает значимого повышения прочности, что часто вызывает сомнения в целесообразности проведения интенсивной деформации. Исключением являются сплавы с деформационно-нестабильной матрицей. Наиболее ярко этот эффект проявляется в сплавах с молибденовым эквивалентом 10-12, когда формируется высокодисперсный мартенсит деформации, а последующий его распад при термической обработке обеспечивает наноструктурное состояние с количественным соотношением фаз близким к 1 : 1. Обсуждены пути и способы повышения термической стабильности сплавов.

Приведены примеры наноструктурных состояний, возникающих при обработке сплавов титана. Проанализирована их роль в формировании конечного комплекса служебных свойств.

Л24 ПОЛИМЕРНЫЕ НАНОКОМПОЗИТЫ. ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ

Чвалун С.Н.

НИЦ "Курчатовский институт"

123182, г.Москва, пл.Курчатова, д.1

Синтез полимерных наноконкомпозитов, обладающих уникальными электрофизическими, оптическими, магнитными и каталитическими свойствами, является важной задачей науки последних лет. В докладе будут рассмотрены основные тенденции перспективного развития науки и технологии в области композиционных материалов и будут показаны отличия современных наноконпозиционных материалов от традиционных композитов. Представлены методы получения, основные свойства и возможные области применения наноконкомпозитов на основе различных керамик, полимеров и олигомеров. Обсуждается новый класс перспективных с практической точки зрения слоистых керамических/полимерных наноконкомпозитов. Значительное внимание уделяется методам получения и необычным физическим свойствам металл-полупроводниковых/полимерных наноконпозиционных материалов. Комплекс этих свойств определяется квантово-размерным и кулоновским эффектами в наночастицах и зависит от химической природы частиц, их размера и формы, расстояния между ними, распределения по размерам и упорядоченности (сверхструктуры). Полимерные наноконкомпозиты привлекают внимание из-за возможности

стабилизации в полимерных матрицах разнообразных наночастиц. Применение в качестве матрицы полимеров с различными диэлектрическими и полупроводниковыми свойствами также позволяет целенаправленно варьировать параметры композитов. В связи с этим важнейшей задачей является изучение процессов структурообразования наночастиц в полимерной матрице.

Для исследования строения гибридных наноконкомпозитов необходимо использование современных экспериментальных методов: рентгеновской дифракции в больших и малых углах, дифракции в скользящих углах (GIXD) и методов EXAFS с помощью синхротронного излучения, электронной микроскопии, атомной силовой микроскопии (новые электрофизические моды, позволяющие исследовать локальные характеристики), УФ спектроскопии и рентгеновской флуоресценции. С помощью этих методов можно проанализировать химический и фазовый состав наночастиц (в случае кристаллического состояния - тип кристаллической решетки), размер наночастиц и функция их распределения по размерам, расстояние между наночастицами, форма наночастиц, фрактальная размерность наноконкомпозитов, шероховатость и фрактальные характеристики поверхности тонких пленок наноконкомпозитов.

В докладе на примере гибридных наноконкомпозитов, синтезированных методом газофазной полимеризации на поверхности, рассмотрены некоторые аспекты их формирования. ГПП является перспективным методом получения различных функциональных тонкопленочных покрытий, используемых, например, в качестве межслоевого диэлектрика, специальных адгезивов и т.п. Варьирование параметров процесса позволяет управлять структурой и свойствами получаемых ультратонких пленок (толщиной несколько нм).

Тонкопленочные наноконкомпозиты, полученные соконденсацией п-ксилилена и его производных и паров различных металлов и полупроводников, например, Ag, Pb, Sn, Cu, Pd, Ge, PbS проявляют ряд уникальных физико-химических свойств, в том числе размерно-зависимых. Они проявляют значительный, магниторезистивный и фотоэффект, высокую чувствительность к различным парам и газам, высокую химическую активность. Проведенные структурные исследования показали, что размер и фазовое состояние неорганических наночастиц зависит от условий получения образцов и строения полимерной матрицы. Частицы размером 4 – 15 нм находятся в аморфных областях полимера и характеризуются узким распределением по размерам.



D25 ОПЕРАТИВНЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ЭФФЕКТИВНЫХ ДЛЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ ЗАЩИТЫ

Рамалданова А.А., Бобкова Т.И., Мазеева А.К.

ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург,
victorm@crism.ru

Развитие nanoиндустрии и успешная реализация конкретных проектов в этой области во многом определяется эффективным решением задач в области метрологии и стандартизации в нанотехнологиях. Особенно это становится актуальным для проблем, связанных с экологией. В последнее время появился термин «электромагнитная экология», так как весьма остро стоит проблема защиты живых организмов и специального оборудования от электромагнитного излучения. Во ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» ведутся разработки материалов для электромагнитной совместимости: защитные экраны, композиты на основе наноструктурированного магнитомягкого порошка и литых микропроводов. Но при производстве данных материалов возникают актуальные вопросы, касающиеся качества поставляемого сырья и выходного контроля получаемых изделий. Для реализации поставленных задач в нашем институте имеется участок оперативного контроля структуры и свойств, включающий в себя современное диагностическое оборудование.

Химический состав аморфных лент сплава на основе кобальта для экранов значительно варьируется в зависимости от партии и плавки на производстве, поэтому перед принятием решения о возможности изготовления магнитного экрана из аморфной ленты данной партии производится входной контроль химического состава. Контроль осуществляется с помощью рентгенофлуоресцентного анализатора Niton XL3t, который способен определить содержание наиболее популярных тяжелых элементов, а также содержание Al, Si и Mg.

Важной частью любого исследования является определение структуры получаемого материала. Для визуальной оценки структуры, качества поверхности шлифа и размера зерен в материале в нанотехнологическом комплексе ЦНИИ КМ «Прометей» имеется оптический микроскоп Leica DM2500M. С помощью данного микроскопа становится возможным определение толщины стеклянной изоляции литого микропровода, что влияет на свойства получаемых композитов на основе микропроводов.

Существенное повышение магнитных параметров исходных материалов и защитных нанокомпозитов достигается путем создания оптимальной структуры в результате отработки нами специальных режимов термической обработки. Например, термическая обработка магнитомягкого порошка аморфного сплава на основе железа дает возможность выделять в порошке наноразмерные кристаллиты, которые существенно повышают магнитную проницаемость композита на основе данного наноструктурированного порошка. Для определения оптимального фазового состава материала на участке оперативного контроля имеется рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Advance, позволяющий работать и с порошковыми, и с плоскими образцами. Обработка результатов измерений, количественный фазовый анализ и расчет параметров структуры производится с помощью программного пакета и базы данных PDF-2.

При разработке технологии создания материалов должны учитываться конструктивные требования к материалу. Нанотехнологический комплекс ЦНИИ КМ «Прометей» обладает первым экземпляром прибора «НаноСкан 3D», созданного на базе ФГБУ ТИСНУМ. НаноСкан – это прибор, сочетающий функции твердомера и сканирующего силового микроскопа. Измерительная система позволяет проводить измерение топографии и измерение карт механических свойств поверхностей на одном участке поверхности. Это дает возможность сравнивать топографию и распределение механических свойств. Кроме того, НаноСкан позволяет проводить нагружение и царапание поверхности иглой зонда и осуществлять измерение твердости (индентирование и склерометрию) и модуля упругости (с использованием уникальной методики силовой спектроскопии).

Описанный участок оперативного метрологического контроля вписывается в исследовательский модуль, включающий в себя триаду:

- специальное технологическое оборудование для получения наноматериалов или наносистем;
- диагностическое оборудование для оперативного контроля наноструктуры полученных исходных наноматериалов и наносистем;
- метрологическое (измерительное) оборудование, позволяющее оперативно измерять критериальные характеристики полученных исходных наноматериалов и наносистем.

Каждый модуль работает по замкнутому циклу с реализацией системы обратной связи на технологические режимы получения исходных наноматериалов и наносистем. Такой подход позволяет существенно сократить время цикла «исследование – разработка».

D26 ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ДИОКСИД ЦИРКОНИЕВЫХ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ

Полянский М.Н.¹, Савушкина С.В.^{1,2},

Виноградов А.В.², Борисов А.М.³, Ткаченко Н.В.³

¹ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша»,

²МАТИ – РГТУ имени К.Э. Циолковского,

³НИИ ядерной физики имени Д.В. Скобельцына
nanocentre@kerc.msk.ru

Для предотвращения перегрева и сохранения работоспособности наиболее теплонпряженных узлов ракетно-космической и авиационной техники, таких, например, как камера сгорания жидкостного ракетного двигателя, лопатки турбокомпрессорного агрегата, используют напыление на них теплозащитных покрытий (ТЗП) из материалов, обладающих низким коэффициентом теплопроводности. Наиболее часто для этих целей используют диоксид циркония [1].

В работе проводилось исследование ТЗП, полученных плазменно-кластерным напылением [2] (11 чередующихся слоев ZrO_2 и Ni) и методом микродугового оксидирования (МДО) (один слой ZrO_2) [3,4]. Исследования морфологии и состава поверхностного слоя полученных покрытий проводили с помощью растрового электронного микроскопа Quanta 600. Для структуры плазменного ТЗП характерны фрагменты деформированных при ударе о поверхность частиц (рис. 1а), покрытые наночастицами размером ~ 0,03 мкм. Для МДО покрытия характерны линзообразные ячейки,



состоящие из кристаллитов нанометрового и субмикронного размеров (рис.16,в).

Для определения распределения состава по толщине покрытия использовали метод спектроскопии ядерного обратного рассеяния (ЯОР) [5]. Моделирование спектров показало, что для двух видов покрытий в их структуре, кроме основных диоксид циркониевых слоев, на границах имеются и промежуточные слои, состоящие из элементов покрытия и подложки. Данные о составе приведены в таблице 1.

При анализе спектров ЯОР определяется так называемая массовая толщина покрытий, что при известной геометрической толщине, позволяет оценить объемную пористость покрытий. Полученные значения пористости - 25% для МДО покрытия и 20% для плазменного. Погрешность метода оценки пористости составляла 5%.

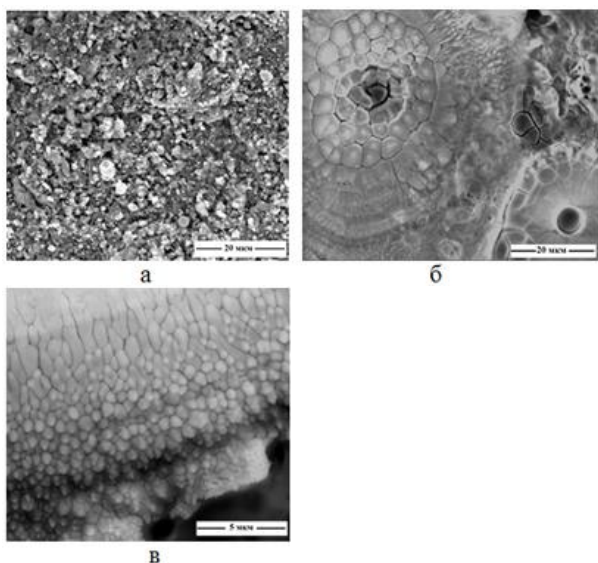


Рис.1. Структура диоксид циркониевого ТЗП, полученного а) при плазменно-кластерном напылении, б,в) при микродуговом оксидировании.

Таблица 1. Данные о составе, пористости и теплопроводности покрытий.

Метод получения покрытия	Геометрическая толщина, мкм	Элементный состав по глубине, %						Массовая толщина, мкм	Пористость, %	Коэффициент теплопроводности, Вт/м·К
		№ слоя	Zr	O	Fe	Si	Ni			
Плазменное напыление	140	1	30	63	-	-	7	98	20	7 (1300 К)
		2	20	40	40	-	-	4		
МДО	180	1	23	62	-	15	-	4	25	0,5 (1300 К)
		2	37	63	-	-	-	43		
		3	50	50	-	-	-	98		

Исследования теплопроводности покрытий проводили с помощью плазмотрона в плазме с энтальпией торможения 1255 кал/г, что соответствует температуре 4200 К. Образец помещали в плазменный поток в держателе, позволяющем охлаждать тыльную сторону образца проточной водой. Для определения коэффициента теплопроводности проводили измерения разности температур во входной и выходной магистральных системы охлаждения. Затем определяли тепловой поток, прошедший образец с покрытием и отводимый в систему охлаждения, температуры на внутренней поверхности образца, на границе образец — покрытие и на поверхности покрытия [6]. Погрешность метода составляет около 10%.

Проведенные оценки значений коэффициента теплопроводности показали, что однослойные ТЗП, полученные методом МДО обладают значительно меньшим коэффициентом теплопроводности, что делает их перспективными для применения в качестве

термобарьерных слоев при длительных однократных тепловых нагрузках. С другой стороны, многослойные ТЗП (ZrO₂/Ni), полученные плазменным напылением, должны обладать лучшей устойчивостью к многократным тепловым нагрузкам.

ЛИТЕРАТУРА

1. Газотермическое напыление/ под общей ред. Л.Х. Балдаева. М.: Маркет ДС, 2007
2. Иванов А.В., Полянский М.Н., Ребров С.Г.// Известия высших учебных заведений. Физика. Изд. Томского университета. 2006. №8.
3. Суминов И.В., Белкин П.Н., Эпельфельд А.В. и др. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов/ Под общей ред. И.В.Суминова. В 2-х томах. Т.2. М.: Техносфера, 2011. 512 с.
4. М.Н. Полянский, С.В. Савушкина, А.М. Борисов и др.//«Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования», №4, 2013, С. 76-80
5. Беспалова О.В., Борисов А.М. и др. // Ядерная физика, Т. 72, 2009, С.1721.
6. Авдеевский В.С. и др. Основы теплопередачи в авиационной и ракетно-космической технике. М.: Машиностроение. 1975, 624 с.

Л27 НА ПУТИ К УНИФИКАЦИИ И СТАНДАРТИЗАЦИИ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Петржиж М.И., Левашов Е.А., Козлова Н.С., Бычкова М.Я.

НИТУ “МИСиС”

petrzhik@shs.misis.ru

Свойства материалов существенно меняются при переходе структурных составляющих в наноразмерный диапазон. Например, упрочнение при переходе к нанокристаллической структуре связано со сменой механизма деформации от скольжения дислокаций на зернограничное проскальзывание. При производстве наноматериалов возрастает значение технологических процессов, а также методик измерений их свойств для контроля и сертификации продукции.

Установление значений механических и трибологических величин для аттестации нанотехнологической продукции требует применения единых процедур выполнения измерений, не все из которых стандартизованы в России. В докладе рассмотрены меры по обеспечению единства измерений, разработанные в рамках ФЦП «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы» и применяемые на протяжении нескольких лет в испытательной лаборатории функциональных поверхностей (ИЛФП) НИТУ «МИСиС», которая аккредитована в ГК Роснано и ААЦ Аналитика. Они включают в себя аттестацию методик измерений и методик калибровки с помощью разработанных стандартных образцов (в том числе ГСО), внесение средств измерений в государственный реестр, разработку проектов ГОСТ Р по определению когезионной/адгезионной прочности и модуля упругости функциональных поверхностей. Данные мероприятия являются первыми шагами на пути к стандартизации испытаний наноматериалов и коммерциализации продукции nanoиндустрии.



D28 ИЗМЕРЕНИЕ МИКРО- И НАНОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ ТЕЛ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Кайгородов А.С.

ФГБУН Институт электрофизики УрО РАН
kaigor@iep.uran.ru

Активное развитие нанотехнологий и, как следствие, появление большого числа наноматериалов неизбежно привело к разработке методов определения их механических свойств в микро- и наномасштабах.

В последнее время измерение микро- и нано твердости индентированием все чаще используется как метод микромеханических испытаний, в результате которых можно оценить критическое напряжение сдвига, модуль упругости, ползучесть и вязкость разрушения (трещиностойкость) как для пластичных, так и для хрупких материалов. Для хрупких материалов, например керамики, локальное нагружение индентором – практически единственный легкодоступный прием, позволяющий исследовать упруго-пластические деформации. Изучение дислокационных розеток вокруг отпечатков индентора, исследование влияния нагрузки на длину трещин около отпечатков – все это дает важную информацию о сопротивлении распространению трещин.

В настоящее время на фоне разрушающих образцов макроскопических методов исследования механических свойств твердых тел все чаще используется метод микроиндентирования, для которого характерны: (а) - возможность исследования образцов малого объема, (б) - меньшая подверженность влиянию структурной неоднородности, (в) - относительно простая процедура приготовления образца, (г) - использование при измерениях стандартного алмазного индентора, (д) – быстрота и дешевизна метода. С другой стороны некоторое влияние поверхностных эффектов привносит в данный метод ряд недостатков, а именно: (а) – неточное совпадение результатов, полученных микроиндентированием и стандартными (традиционными) методами, (б) – зависимость характеристик от глубины вдавливания пирамидки («indentation size effect»), (в) – образование «навалов» вокруг отпечатков, (г) - различие параметрических уравнений для определения трещиностойкости, приведенных в литературе (более двадцати), и невысокая точность измерения длины трещин [1].

Создание автоматизированных установок, реализующих режим динамического индентирования, позволило применить данный метод и к изучению стойкости твердых тел, в частности хрупких, к локальному ударному воздействию.

Метод микроиндентирования эффективно используется при изучении механических свойств тонких пленок. Сегодня он успешно применяется для изучения нано твердости, упругого модуля, износостойкости и адгезии тонких (менее 1 мкм) покрытий. Причем все эти характеристики можно измерять как при комнатной температуре, так и при повышенной, до 750°C.

Список литературы

Ponton C.B., Rawlings R.D. Vickers indentation fracture toughness test. Part 1. Review of literature and formulation of standardized toughness equations. // Materials Science and Technology, 1989, vol. 5, pp. 865-872.

D29 СТАНДАРТИЗАЦИЯ И МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В ОБЛАСТИ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СВЕРХТВЕРДЫХ И НОВЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Пятов А.Л.

ФГБУ ТИСНУМ
e-mail: alpyatov@mail.ru

Правительство Российской Федерации Распоряжением от 24 сентября 2012 г. № 1762-р одобрило Концепцию развития национальной системы стандартизации Российской Федерации на период до 2020 года и предписало Федеральным органам исполнительной власти учитывать положения Концепции при проведении работ в области технического регулирования и стандартизации.

Концепция содержит систему взглядов на развитие национальной системы стандартизации в Российской Федерации и формирует цели, задачи и направления ее развития на период до 2020 года.

ФГБУ ТИСНУМ, является членом национального Технического комитета по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии», созданного на базе Российской корпорации нанотехнологий и ведущего работы по стандартизации в области наноиндустрии, и участвует в международном сотрудничестве по стандартизации в Технических комитетах ТК 229/ИСО «Нанотехнологии» Международной организации по стандартизации и ТК 113/МЭК «Стандартизация нанотехнологий для электроники и электрических продукции и систем» Международной электротехнической комиссии.

Отдел метрологии и стандартизации ФГБУ ТИСНУМ готов принять предложения от организаций и специалистов нанотехнологической сети по разработке нормативных документов в области обеспечения единства измерений и стандартизации нанотехнологий, включая предложения по проектам национальных стандартов с включением в План национальной стандартизации через ТК 441 «Нанотехнологии».

Перспективными направлениями развития нанотехнологий и наноматериалов являются:

- создание научно-технологической и метрологической базы наноиндустрии;
- разработка наноинженерии и наносистемной техники;
- создание функциональных и конструкционных наноматериалов;
- разработка нанобиотехнологии;
- осуществление подготовки и переподготовки кадров для наноиндустрии.

Особую важность для развития наноиндустрии приобретают вопросы метрологии и стандартизации, метрологического обеспечения, передачи размера единицы величины в нанометровый диапазон, характеризующийся своими специфическими особенностями.

Федеральный закон от 26 июня 2008 г. N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» регулирует отношения, возникающие «при выполнении измерений, установлении и соблюдении требований к измерениям, единицам величин, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, применении стандартных образцов, средств измерений, методик (методов) измерений, а также при осуществлении деятельности по обеспечению единства измерений, предусмотренной законодательством Российской Федерации об обеспечении единства измерений, в том числе при выполнении работ и оказании услуг по обеспечению единства измерений».



Основные функции головных организаций отрасли по направлению «Конструкционные наноматериалы» ФГБНУ ТИСНУМ и ФГУП «ЦНИИИМ «Прометей», определённых Постановлением Правительства Российской Федерации от 2 августа 2007 г. № 498:

- решение важнейших проблем развития отраслей nanoиндустрии и освоение секторов наукоемкой продукции, в том числе с ориентацией на мировой рынок;
- координация разработок новых технологий, конкурентоспособных на мировом рынке;
- экспертиза достигнутых результатов, выявление наиболее продвинутых к коммерциализации разработок, определение их потенциала для производства и продажи на внутреннем и внешнем рынках, подготовка предложений по поддержке имеющихся заделов;
- использование передовых базовых нанотехнологий;
- координация работ по стандартизации, метрологическому обеспечению и подтверждению соответствия продукции и технологий в отраслях nanoиндустрии;
- координация проектов международного научно-технического сотрудничества;
- координация проектов трансфера нанотехнологий;
- организация и участие в реализации проектов государственно-частного партнерства;
- отраслевой мониторинг, включая сбор информации о производстве и продаже продукции nanoиндустрии;
- интеграция научной и образовательной деятельности в соответствующих отраслях.

В ходе работ по совершенствованию метрологического обеспечения научных исследований сверхтвердых и новых углеродных материалов ФГБНУ ТИСНУМ аккредитовано приказом Росстандарта от 28 октября 2011 г. № 6027 в области обеспечения единства измерений и официально признана его компетентность выполнять работы по поверке средств измерений (регистрационный номер в Реестре аккредитованных юридических лиц и индивидуальных предпринимателей **1827**), аттестации методик (методов) измерений и проведения метрологической экспертизы документов (Реестр аккредитованных юридических лиц и индивидуальных предпринимателей № 01.00271-2011 от 03 августа 2011 г. Аттестат аккредитации имеет срок действия до 02 августа 2016 г.).

Д30 СООТВЕТСТВИЕ ПРИБОРОВ НАНО И МИКРО-ИНДЕНТИРОВАНИЯ КОМПАНИИ CSM-INSTRUMENTS СТАНДАРТАМ ГОСТ Р 8.748-2011 И ISO 14577

Могильников Ю.В.¹, Favaro G.²

¹ООО «Ниеншанц Сайнтифик», Санкт-Петербург, Россия

²CSM-Instruments SA, Peceux, Neuchatel, Switzerland

Методика инструментального индентирования согласно ISO 14577 заключается во вдавливании индентора в материал с определенной силой и определении твердости из известной силы и геометрии индентора, которая, в свою очередь, определяется по стандартному образцу известного модуля упругости с отсутствующей объемной анизотропией вдавливанием индентора на различную глубину, и

построением зависимости усилия вдавливания и глубины проникновения индентора в материал.

При проведении измерений решается задача обратная калибровке: Зная глубину проникновения индентора, и силу вдавливания можно измерить твердость и модуль упругости материала.

В связи с принятием и введением в действие российского стандарта ГОСТ Р 8.748-2011 о методе инструментального индентирования для определения твердости и других упруго-пластических характеристик материалов, особенно актуальным становится соответствие существующих и разрабатываемых приборов данной норме. Приборы для инструментального индентирования в Микро- и Нано-диапазонах разработанные компанией CSM-Instruments были разработаны и сконструированы согласно стандарту ISO 14577, который охватывает российский стандарт, включающий твердость по шкале Виккерса, Берковича, Мартенса и твердость индентирования и модуль Юнга и другие механические характеристики поверхности.

Л31 СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ТРЕХМЕРНОЙ РЕКОНСТРУКЦИИ В ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Васильев А.Л.^{1,2}, Михуткин А.А.¹

¹НИЦ «Курчатовский институт»

²Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН

a.vasiliev56@gmail.com

Современные методы растровой и просвечивающей электронной микроскопии и электронной дифракции позволяют восстанавливать трехмерную структуру объектов из набора двумерных картин. Это оказывается необходимым при решении множества материаловедческих задач и при этом дает возможность количественно охарактеризовать морфологические и структурные особенности объектов исследования в трех измерениях.

Среди существующих в настоящее время методов трехмерной реконструкции можно выделить следующие:

- Реконструкция поверхности образцов по изображениям, полученным в растровом электронном микроскопе (РЭМ) (рис. 1).
- Реконструкция объемной микроструктуры образцов по изображениям последовательных срезов ионным пучком [1]. При использовании этого метода возможно комбинировать изображения, полученные в режимах регистрации вторичных электронов или обратно-рассеянных электронов, с данными микроанализа – картами распределения химических элементов, или результатами анализа дифракции от обратно-рассеянных электронов (electron backscatter diffraction - EBSD).
- Томография в просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ). В этом случае также возможно совмещение данных, регистрируемых различными детекторами. Используя методы прецессии пучка электронов совместно с томографией, возможна трехмерная реконструкция обратной решетки [2].
- Восстановление трехмерной структуры наночастиц на атомном уровне по нескольким темнопольным изображениям с регистрацией Z-контрастных изображений [3].



Метод реконструкции частиц – построение трехмерных моделей частиц с использованием множества двумерных проекций частиц (Single Particle Analysis), позволяющий реконструировать макромолекулярные комплексы [4], белки [5], вирусы [4] и другие объекты.

Пространственное разрешение методов не всегда связано с пространственным разрешением используемого электронного микроскопа или используемого детектора, а может определяться рядом других параметров: морфологией образца, способом его приготовления, стабильностью образца под электронным или ионным пучком, в том числе его электропроводностью; точностью поворота гониометра и его дрейфом. Разрушающий образец метод трехмерной реконструкции последовательными срезами ионным пучком существенно зависит от параметров ионного пучка, возможности сохранять равномерность срезов и получать минимальную их толщину, т.е. минимальный шаг, который практически и определяет пространственное разрешение этого метода. Появление значительных погрешностей возможно также и на стадиях обработки изображений. Так при наклоне образца может возникнуть изменение контраста, и, как следствие, изменение точек привязки ряда изображений. В случае применения бинаризации по пороговому уровню возможны неточности, связанные с выбором значения порога и т.д. Несмотря на ряд недостатков, присутствующих в любом методе, трехмерная реконструкция в электронной микроскопии – один из наиболее современных и высокоразрешающих методов.

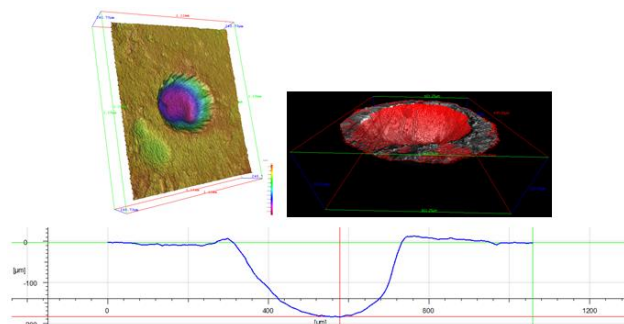


Рис. 1. (а) - Трехмерная реконструкция поверхности лазерного кратера в алюминиевой мишени, (б) – сетка, ограничивающая объем кратера, (с) - профиль вдоль поверхности кратера.

[1] L. Holzer, F. Indutnyi, Ph. Gasser, B. Münch, and M. Wegmann, J. Microsc. (2004) **216**, 84.

[2] D Zhang, D Grüner, P Oleynikov, W Wan, S Hovmöller Ultramicroscopy (2010) **111**, 47.

[3] S. Van Aert, K.J. Batenburg, M.D. Rossell R.Erni, G. Van Tendeloo Nature (2011) **470**, 374.

[4] Z. Hong Zhou, Current Opinion in Structural Biology (2008) **18**, 218.

[5] О.С. Соколова «Комплексный подход к исследованию структуры белков на основе электронной микроскопии» автореферат на соискании уч. степени д.б.н. Москва 2012.

Л32 ЭЛЕКТРОННАЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЯ И РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ В СТРУКТУРНОЙ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ И СТАНДАРТИЗАЦИИ РАЗМЕРНЫХ ПАРАМЕТРОВ НАНОЧАСТИЦ

Авилов А.С.

ФГБУН Институт кристаллографии

им. А.В.Шубникова РАН, avilovanatoly@mail.ru

Последнее десятилетие отмечено бурным развитием науки о наноматериалах и нанотехнологий. Это связано с огромным набором уникальных оптических, электрических, магнитных, физико-химических и химических свойств у нанобъектов. Наночастицы (НЧ) являются наиболее распространенными представителями нанома-териалов. Необычные свойства наночастиц вызваны двумя очень важными обстоя-тельствами: проявлением квантово-размерных эффектов и увеличением роли поверхностных атомов с уменьшением размеров НЧ. При уменьшении размеров до наноуровня (единицы-десятки нанометров) электронные, оптические, магнитные и другие свойства наноматериалов могут существенно отличаться от свойств соответствующих объемных фаз. На наноуровне проявляются также и новые физичес-кие эффекты: например, туннелирование электронов, размерное квантование энергетич-еских уровней и др. Наночастицы проявляют себя и как магнитные наноматериалы, и как ферроэлектрики, и как нанокомпозиты (полупроводники, эмиттеры и пр.), катализаторы, и как сенсоры магнитного поля и ИФ-излучения, хемосенсоры, служат в качестве покрытий, используются для оптоволоконной оптики и др.

Поэтому области применения НЧ, очень широки: наноэлектроника и нанолито-графия, энергетика, топливные элементы, нанобитехнологии, медицина и фармацев-тика, пищевая промышленность, косметика, автомобильная промышленность и многие другие области.

Классифицировать наночастицы можно по составу, по размерам, по форме, по свойствам. Оптические, электронные и магнитные свойства НЧ в сильной степени зависят не только от их размеров, но и в значительной степени от их формы.

Хорошо разработаны к настоящему времени методы получения отдельных нано-частиц: НЧ могут быть на поверхности (плоской и искривленной, нанотрубки, гранулы, нанопроволоки...), внутри нанотрубки, в дисперсиях, в матрице и др. Размеры, форма и структура НЧ являются определяющими факторами физических свойств этих объектов. Поэтому их определение и изучение связи с физическими свойствами является очень важной с научной и практической точек зрения задачей.

Знание структурных особенностей НЧ важно не только для развития их применений, но и для развития технологий их получения и поиска новых типов НЧ с заданными свойствами. Изучение структуры таких сложных объектов, которыми являются НЧ, требует применения комплекса современных структурных методов. Это играющие в этом вопросе ведущую роль методы электронной кристаллографии (электронно-дифракционные и электронно-микроскопические), а также атомно-силовые, рентгено-дифракционные, в том числе с использованием синхротронного излучения, EXAFS, оптические (поглощение, динамическое рассеяние света и др.), резонансные, аналитические и некоторые другие методы.



Лекция посвящена обзору результатов применения к изучению структурных особенностей, главным образом, металлосодержащих наночастиц методов электронной кристаллографии: просвечивающей электронной микроскопии, в т.ч. высокого разрешения, сканирующей электронной микроскопии (включая угловую и высокоугловую темнопольную сканирующую просвечивающую микроскопию - ADF-STEM и HAADF-STEM), аналитической микроскопии, различных методов дифракции электронов (микро- и нанодифракцию, дифракцию в сходящемся пучке электронов, метод прецессии электронного пучка, электронную томографию и голографию, метод «diffractive imaging», время-разрешающую электронную дифракцию). Рентгенодифракционные методы (рентгенофазовый анализ, малоугловое рентгеновское рассеяние, в том числе с применением синхротронного излучения) используются, в основном, для фазового анализа и определения распределения наночастиц по размерам.

Определение размерного параметра наночастиц (среднего диаметра) методами электронной кристаллографии и рентгеновской дифрактометрии позволяет решать вопросы стандартизации соответствующей продукции наноиндустрии.

ЛЗЗ ИССЛЕДОВАНИЕ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ МЕТОДОМ РАСТРОВОЙ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Квит А. В. (Kvit, A.V.)^{#,*}, Yankovich, A. B.[#],
Voyles, P. M.[#]

[#]Materials Science and Engineering Department,
University of Wisconsin – Madison, Madison, USA

^{*}Materials Science Center, University of Wisconsin –
Madison, Madison, USA

Несмотря на колоссальный прогресс в разработке растровых просвечивающих электронных микроскопов (STEM) с C_s и C_c коррекцией пучка, определение точного положения примесных атомов остаётся весьма трудной задачей для исследователей. Фактически, диапазон примесей, относительно лёгких для наблюдения, ограничен тяжёлыми элементами, встроенными в матрицу, состоящих из лёгких элементов, имеющих малый атомный номер Z . Связано это с тем, что вклад от рассеяния электрона на единичном атоме на большие углы, характерные для методик HAADF STEM, остаётся весьма малым по сравнению с рассеянием электрона со всей колонки атомов в STEM эксперименте. Это остаётся справедливым, даже если разница в Z для примесного атома и матрицы весьма существенна. Характерный пример, когда две соседние колонки атомов, в одной из которых «спрятана» примесь, имеют разницу в интенсивности менее 5% - порога шума современных STEM-детекторов. Утверждать с точностью, есть ли примесь в одной из колонок, становится невозможно. Именно с этим связан тот факт, что публикаций, показывающих реальное положение примесей в матрицах со времени первых публикаций Пола Войлеса (Paul Voyles) в 2003 году, было совсем немного. Ещё более сложная задача - прямая визуализация точечных дефектов, отличных от изолированных примесей, встроенных в решётку. Во многих случаях наблюдение собственно точечных дефектов, таких как вакансии и междоузлия, представляется чрезвычайно

трудной задачей для STEM исследований. Связано это с целым рядом причин, таких как: а) высокая подвижность собственных дефектов при комнатной температуре, б) зачастую встречающаяся низкая концентрация изолированных вакансий и междоузлий из-за их аннигиляции или создания комплексов, которые более выгодны при данных термодинамических условиях, в) низкий порог для их миграции в кристаллической решётке под воздействием самого электронного пучка, г) флуктуация толщины исследуемого образца на атомном уровне. Тем не менее более стабильные точечные дефекты, представляющие собой комплексы собственных дефектов или собственных дефектов и примесей, являются идеальной мишенью для современных и будущих STEM исследований. Для успешного анализа комплексов точечных дефектов, их нужно не только найти, но и необходимо также надёжно детектировать дисторсию решётки вблизи таких неоднородностей. Таким образом, точность определения положения атома должна быть на порядок лучше, чем то разрешение, которое возможно на коммерчески доступных STEM микроскопах с корректорами сферической и хроматической абберации (0,6- 0,8 Å).

В данном докладе мы представляем новый комплексный подход для решения этой задачи. Во-первых, мы рассматриваем требования для подготовки таких образцов, необходимую толщину и допустимую неоднородность по толщине. Будут показаны несколько вариантов подготовки таких образцов. Во-вторых, необходимо провести начальные расчёты изображения точечных дефектов в различных положениях кристалла и оценить оптимальную толщину образца для наблюдения точечных комплексов. В-третьих, рассматривается применение нового комплексного алгоритма, используемого в нашей группе и известного как «non-rigid alignment and averaging» серии STEM изображений, снятых очень быстрым стробом. Применение данного метода позволяет достичь рекордной точности положения атомов- < 1 pm. Заметим, что это существенно меньше дифракционного предела разрешения электронного микроскопа. После такой обработки STEM изображений методом «non-rigid alignment and averaging» слабые сигналы, соответствующие рассеянию на точечных дефектах, могут быть вытянуты из-под шума STEM детекторов, с использованием метода «мультивариационного статистического анализа». И последнее, мы можем измерить дисторсию решётки с достаточной точностью. Сравнить полученное изображение с расчётным. В случае нескольких конфигураций, имеющих схожую структуру, выбрать конфигурацию, наиболее термодинамически стабильную для условий измерения STEM изображений. В докладе будут использованы примеры STEM исследований ZnO и сложных оксидов, применение вышеуказанных алгоритмов и расчёт структур точечных комплексов, проведённых в MS&E Department в университете штата Висконсин в г. Мэдисон, США.



Д34 КОМБИНАЦИЯ МЕТОДОВ СОВРЕМЕННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ НАНОСТРУКТУР И ПРЕВРАЩЕНИЙ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ

Колосов В.Ю.

Уральский федеральный университет,
Vladimir.Kolosov@usu.ru

В последние годы наблюдается лавинообразный рост публикаций по синтезу и диагностике наноструктур, в том числе тонкоплёночных, нередко использующих различные современные методы микроскопии, преимущественно электронной и сканирующей. При этом стали чаще появляться работы как с использованием усовершенствованных, так и принципиально новых микроскопов (например, низковольтных), а также приставок, методик (см. например, труды EMC2012 [1]). Отдельно можно выделить разработки/приборы/работы с комбинацией разных методов микроскопии (например, корреляционная микроскопия - различного понимания разных производителей/авторов) и комбинации микроскопии с другими методами (спектроскопия и др.). В данной работе приводятся некоторые примеры такого рода, охарактеризованные в кратком варианте по литературным источникам и докладам конференций или в более подробном изложении - по результатам наших исследований. Последние примеры иллюстрируются для некоторых тонкоплёночных микро- и наноструктур, формируемых в кристаллизуемых аморфных нанотонких плёнках (10-100 нм) систем X-B⁶, Ge и ряда других. Методическая основа исследований - методы просвечивающей электронной микроскопии, в том числе высокоразрешающей, в комбинации с оптической микроскопией, микроинтерферометрией, сканирующей электронной микроскопией и атомно-силовой микроскопией.

Точки локальной (в том числе взрывной) кристаллизации лазерным, электронным пучком характеризуются различной морфологией и микроструктурой, в частности с разориентировками кристаллической решётки, свойственными сферолитоподобным кристаллам разных типов и/или трансротационным кристаллам [2].

Нитевидные, острые структуры в нанотонких плёнках имели форму игл, усов, серпов, крючков, лент, проводов, S-образных микрокристаллов с азимутальными, спиралевидными и трансротационными разориентировками решётки кристалла, характеризующиеся в ряде случаев более детально комбинацией методов микроскопии.

[1] Proc. 15th European Microscopy Congress (EMC-2012), 2012, Manchester, UK, v. 1-3:

[2] V. Y. Kolosov and A. R. Thölen, Acta Mat. v.48 (2000) p. 1829.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант 12-03-01118).

Л35 ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ: ИННОВАЦИИ И ДОСТИЖЕНИЯ

Лопатин С. Ю.

FEI Electron optics
sergei.lopatin@fei.com

В докладе представлен обзор последних достижений в области создания аппаратных средств для просвечивающей электронной микроскопии и микроанализа, в том числе новые корректоры сферической и хроматической абберации, монохроматоры, рентгеновские детекторы. Приведены примеры применения новых методов в структурном анализе материалов, электронной спектроскопии и соответствующих методик анализа полученных данных.

В просвечивающей электронной микроскопии, основанной на регистрации сигнала, генерируемого электронами, проходящими через тонкий образец (как правило, менее 100 нм), используются 2 основные методики: параллельная – собственно просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), и последовательная – просвечивающая растровая микроскопия (ПРЭМ). В современных ПЭМ/ПРЭМ возможно быстрое переключение из одного режима в другой, мгновенная юстировка, использование различных детекторов: CCD камер, спектрометров и т.д. Разрешение ПЭМ/ПРЭМ ограничено дифракционными эффектами, которые зависят от длины волны используемых электронов, и характеристиками электронно-оптической системы. Длина волны электронов в современных ПЭМ/ПРЭМ варьируется от 6 до 2 пм, что соответствует ускоряющему напряжению от 30 до 300 кВ, при этом разрешающая способность ограничивается несовершенством линз, а именно сферическими (Cs) и хроматическими (Cc) абберациями.

Круглые электронно-оптические линзы всегда имеют положительный коэффициент сферической абберации [1], а для уменьшения Cs и Cc необходима линза (вогнутая, по аналогии со световой оптикой), имеющая отрицательный Cs. Конструктивный тупик был преодолен в 1987 году Х. Розе [2] созданием корректора сферической абберации на основе системы 2-х чередующихся гектополей и круглых передаточных линз - устройства с отрицательным коэффициентом абберации (см. сопоставления изображений на рис. 1-2).

Важными “сопутствующими” аналитическими инструментами ПЭМ/ПРЭМ являются спектроскопия по потерям энергии электронов (СПЭЭ) и рентгеновская спектроскопия (РС). Данные инструменты позволяют установить не только атомную структуру материалов, но и обосновать их механические, опто-электронные и др. свойства.

В то время как, атомное разрешение с применением СПЭЭ получено сравнительно давно, в области РС прорыв совершен в последние годы с использованием новейших SDD детекторов (см. пример на рис. 3). В тоже время, использование монохроматоров электронного пучка раскрывает новые возможности для СПЭЭ.

В докладе сопоставляются преимущества различных методов, используемых в ПЭМ/ПРЭС системах, для структурного анализа материалов, обсуждаются наиболее интересные результаты.

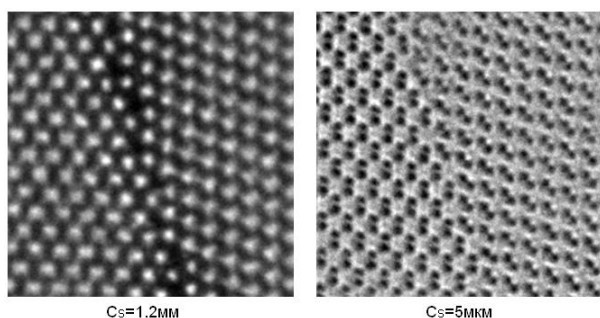


Рис 1. ПЭМ изображения границы раздела зерен кремния (110) при наличии сферической aberrации (слева) и с применением корректора (справа); ускоряющее 300кВ.

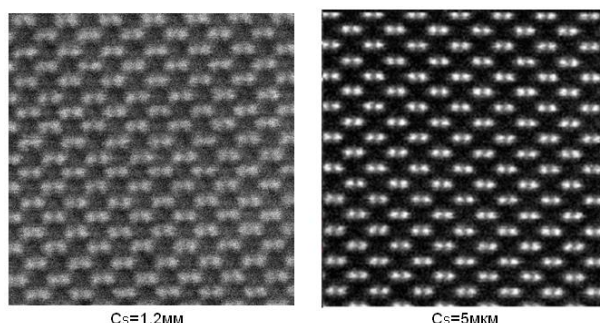


Рис 2. ПЭМ изображения кремния (110) при наличии сферической aberrации (слева) и с применением корректора (справа); ускоряющее напряжение 300кВ.

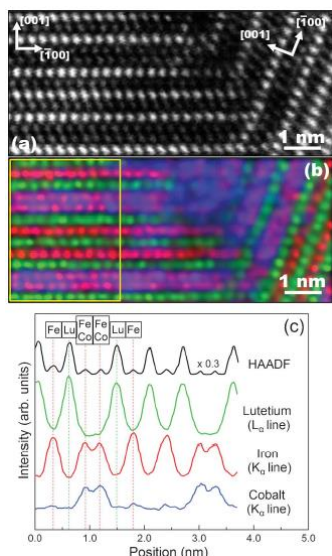


Рис 3. Карта распределения Fe, Co и Lu на границе зерен LuFeO_3 , легированном Lu [3]. Карта получена методом рентгеновской спектроскопии в ПЭМ. Размер 128x256 пикс.

[1] O. Scherzer, Über einige Fehler von Elektronenlinsen. *Z. Phys*, 1936, **101**, 593–603.

[2] H. Rose, Abbildungseigenschaften sphärisch korrigierter elektronenoptischer Achromate. *Optik*, 1971, **33**, 1–24.

[3] A. Akbashev et al, Reconstructed stacking faults in cobalt-doped hexagonal LuFeO_3 revealed by mapping of cation distribution at the atomic scale, *CrystEngComm*, 2012, **14**, 5373–5376.

Д36 ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИЯХ НАНОПОРОШКОВ И ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИХ

Мурзакаев А.М.^{1,2}

¹Институт электрофизики УрО РАН,

²Институт естественных наук УрФУ

Aidar@iep.uran.ru

Основными направлениями работы ИЭФ УрО РАН в области нанотехнологий являются: 1. Разработка технологий и оборудования для получения нанопорошков металлов, сплавов и их химических соединений методом электрического взрыва [1], лазерным испарением [2] и импульсным пучком электронов [3] для создания керамических, металломатричных и композиционных материалов, светоизлучающих устройств, катализаторов и проводящих систем в электродах твердооксидных топливных элементов. 2. Разработка технологий получения тонких пленок из нанопорошков методами шликерного литья, электрофореза и шелкографии. 3. Разработка технологий получения изделий из наноструктурных керамик и металломатричных композитов для применения в качестве: конструкционных материалов с повышенной твердостью, трещиностойкостью и износостойкостью; оптической керамики [4]; композитных и керамических наноматериалов с управляемыми электрооптическими характеристиками для высокоэффективных светоизлучающих устройств; твердооксидных топливных элементов с использованием нанопорошков в качестве исходных материалов [5]. 4. Разработка технологий и оборудования для формирования наноструктур в поверхностных слоях материалов методами ионной имплантации и нанесением покрытий [6].

Всё это требует проведения комплексных материаловедческих исследований, включающих изучение структуры, механических, электрохимических и других свойств материалов. Широкая технологическая и приборная база ИЭФ УрО РАН позволяет выполнять на высоком уровне полный цикл исследований и разработок нанотехнологий от получения нанопорошков до создания широкого класса образцов изделий.

В настоящей работе представлены результаты анализа образцов электронной микроскопией высокого разрешения: просвечивающий - JEM 2100 с LaB_6 катодом при ускоряющем напряжении 200 кВ с разрешением по точкам 0,19 нм, по линиям 0,14 нм; растровый - LEO 982 с пространственным разрешением 1 нм. Энергодисперсионным рентгеновским микроанализом был определен химический состав исследуемых образцов.

В докладе приводятся результаты анализа:

1. Морфологии, структуры, фазового и элементного состава, характерного размера и распределений по размерам частиц нанопорошков металлов, сплавов и их химических соединений, получаемых методом электрического взрыва проволоки, испарением мишени импульсным пучком электронов и излучением лазеров.

2. Морфологии, структуры, фазового и элементного состава, однородности распределения фаз, характерного размера и распределения по размерам зерен, пористость наноструктурных керамик, металломатричных композитов, композитов «металл-керамика» и тонких плёнок.

4. Наноструктур в поверхностных слоях материалов, полученных методами ионной имплантации и магнетронным нанесением покрытий.



Литература

1. Котов Ю.А. Электрический взрыв проволоки – метод получения слабоагрегированных нанопорошков //Российские нанотехнологии. 2009. - Т. 4. - № 1-2. – С. 40-51.
2. V. Osipov, Yu. Kotov, M. Ivanov, O. Samatov, V. Lisenkov, V. Platonov, A. Murzakaev, A. Medvedev and E. Azarkevich, Laser synthesis of nanopowders, Laser Physics, 2006, vol. 16, No 1, pp. 116-125.
3. В.Г. Ильвес, С.Ю. Соковнин // Получение нанопорошков ZnO и Zn-ZnO методом испарения импульсным пучком электронов в газе низкого давления /Российские нанотехнологии. Т. 6, № 1-2, 2011. С. 128- 135.
4. A.S. Kaygorodov, V.V. Ivanov, V.R. Khrustov, Yu.A. Kotov, A.I. Medvedev, A.M. Murzakaev, V.V. Osipov, M.G. Ivanov, A.N. Orlov, Fabrication of Nd:Y₂O₃ transparent ceramics by pulsed compaction and sintering of weakly agglomerated nanopowders, Journal of the European Ceramic Society, vol. 27, Issues 2-3, 2007, pp. 1165-1169.
5. Yu.A. Kotov, Ivanov V.V. V.R. Khrustov, A.I. Medvedev, A.M. Murzakaev, S.N. Shkerin, A.V. Nikonov, Conductivity and structure features of Ce_{1-x}Gd_xO_{2-δ} solid electrolytes fabricated by compaction and sintering of weakly agglomerated nanopowders, Journal of the European Ceramic Society, 2007, v. 27, p. 1041-1046.
6. N.V. Gavrilov, A.S. Mamaev, A.I. Medvedev, A.M. Murzakaev, Steel Interconnects with Magnetron-Sputtered Mn-Co-O Spinel Coatings for Solid Oxide Fuel Cells, Изв. Вузов. Физика. – 2007. - №9. Приложение. – с.288-291.

Д37 ИЗМЕРЕНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕГИРУЮЩИХ ПРИМЕСЕЙ В ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУРАХ СУБМИКРОННОГО И НАНОМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА МЕТОДОМ СОПРОТИВЛЕНИЯ РАСТЕКАНИЯ

Кобелева С.П.*, Анфимов И.М.**,
Щемеров И.В.**, Фомин В.М.*, Козлов В.А.***

*НИТУ "МИСИС", kob@misys.ru.

**НИТУ "МИСИС", ООО "РИИС" (Москва), Россия

***ОАО "ФИД-Технология (Санкт-Петербург),
Россия

В работе рассмотрены физические аспекты применения измерения сопротивления растекания (СР) на косых шлифах для определения профиля распределения мелких легирующих примесей в слоистых полупроводниковых структурах субмикронного и нанометрового диапазона и аппаратная реализация метода.

Переход на субмикронные и наноразмерные технологии вызвал необходимость применения локальных по глубине и поверхности пластин методов измерения удельного электрического сопротивления (ρ) как основы для расчета концентрации мелких легирующих примесей (N). Таким методом, в настоящее время динамично развивающимся, является метод измерения СР на косых шлифах. Он основан на измерении сопротивления структуры, состоящей из полупроводникового образца и металлического зонда, установленного на его плоской поверхности. Через измерительный зонд пропускается ток I и на нем же определяется потенциал U по отношению к удаленному контакту, сопротивлением которого пренебрегают. Расчеты показывают, что в идеальном случае в полубесконечном образце $R=U/I=\rho/(4r_0)$, где r_0 – радиус закругления точечного контакта. Область, вносящая основной вклад в формирование сигнала СР, имеет размеры порядка

удвоенного радиуса контактной площадки зонда и может быть доведена до нанометровых размеров. Поэтому в настоящее время приставки СР устанавливаются в атомно-силовых и туннельных микроскопах. Установки для измерения СР сочетают довольно большие области анализа как по поверхности, так и по глубине с возможностью измерения распределения УЭС на ультратонких слоях (углы косого шлифа $< 5^\circ$).

На важность метода для полупроводникового производства указывает тот факт, что имеется 3 международных стандарта SEMI (ASTM), регламентирующие его применение. Однако до сих пор стоит вопрос о совершенствовании как аппаратной части, так и методов калибровки и расчета ρ по измерениям СР [1].

На базе установки ВИК-УЭС создан пилотный экземпляр ВИК-СР, работающий в двухзондовом варианте. Комплект притиров позволяет получать косые углы от 1:20 до 1:100. Минимальное перемещение зонда по поверхности 12 ± 2 мкм, что при использовании косого угла 1:100 обеспечивает шаг по глубине 120 нм. Установка позволяет измерять концентрации мелких легирующих примесей в кремнии в пределах от 10^{12} см⁻³ до 10^{20} см⁻³ (см. рис.1). Расчет величины ρ проводится в одномерном варианте на основе двухслойной модели. При расчете концентраций бора и фосфора учитываются рекомендации стандарта SIMI MF-723.

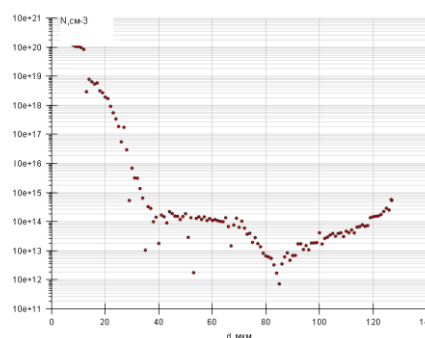


Рис.1. Профиль распределения концентрации легирующих примесей по глубине транзисторной структуры.

Установка может использоваться для анализа однородности распределения примесей по пластине. Максимальное перемещение зонда в пилотном варианте установки составляет 50 мм. По согласованию с заказчиком она может быть доведена до 300 мм.

1. С. П. Кобелева. Заводская лаборатория, № 1, 2007 г., с.60.



Д38 ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПЛЕНОЧНЫХ СТРУКТУР МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО НАПЫЛЕНИЯ И АТТЕСТАЦИЯ ИХ СВОЙСТВ

Степанова Е.А.¹, Балымов К.Г.¹, Васьяковский В.О.¹,
Кулеш Н.А.¹, Лепаловский В.Н.¹, Собина Е.П.²,
Аниховская С.С.¹

¹ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет»,

²ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии
elena.stepanova@usu.ru

В отделе магнетизма твердых тел НИИ Физики и прикладной математики Института естественных наук УрФУ сложился комплекс технологического и измерительного оборудования по получению и аттестации свойств пленок металлических, диэлектрических и композиционных, в том числе магнитных, материалов в диапазоне толщин 5-1000 нм. Для получения пленок методом магнетронного напыления используется установка **ATC ORION 8 UNV** (Производитель: AJA Inc. США). Толщина получаемых пленок задается скоростью осаждения материала. 5 независимых магнетронов (2 на постоянном токе, 3 на токе высокой частоты) обеспечивают напыление многослойных и композитных металлических, диэлектрических и магнитных пленок.

Для автоматизированного определения толщины и профиля поверхности твердых объектов контактным способом применяется **стилюсный профилометр Dektak 150** (Производитель: Veeco Instruments Inc., США), который имеет разрешение по вертикали до 1 Å. Повторяемость измерений составляет 6 Å. Для измерений используется стилус с радиусом закругления 12,5 или 0,2 мкм.

Рентгеновский флуоресцентный спектрометр на полном внешнем отражении Nanohunter (Производитель: Rigaku Corporation, Япония) позволяет определять элементный состав получаемых объектов. Определение элементного состава возможно как разрушающим, так и неразрушающим методом. Первый метод подразумевает растворение образца с последующим анализом высушенного раствора. Второй позволяет определять элементный состав тонких приповерхностных слоев. Основные характеристики прибора: в качестве источника первичного излучения используются рентгеновские трубки Mo и Cu мощностью 50 Вт; регистрируемые элементы от Al до U; чувствительность 10^{-7} вес.%; угол падения первичного пучка варьируется в пределах 0 – 2°; разрешение углового сканирования 0,01°; глубина проникновения излучения до 500 нм; измерения выполняются в воздушной среде; максимальные размеры образцов 100x100x5 мм.

Измерения магнитных свойств объектов проводятся на магнитоизмерительной установке на основе СКВИД **MPMS XL7** (Производитель: Quantum Design Inc., США) в стационарных магнитных полях ± 5572 кА/м. Точность установки магнитного поля составляет 7,96 А/м в диапазоне полей до 398 кА/м и 79,6 А/м в остальном диапазоне. Измерения магнитного момента можно проводить в температурном диапазоне от 1,7 до 400 К (дополнительная опция позволяет повысить верхнюю границу до 800 К). Диапазон значений измеряемого магнитного момента составляет от $1 \cdot 10^{-8}$ до 300 А·м²/кг.

Определение электрофизических свойств полученных нанопокровов выполняется с использованием установки

ЕРМД-2. Методика измерений данных свойств аттестована (свидетельство об аттестации № 261.0342/01.00258/2011). Диапазон измерения свойств, а также значения показателей точности, правильности и воспроизводимости (при доверительной вероятности P=0,95) представлены в Таблице.

Наименование измеряемой характеристики	Диапазон измерений	Показатель промежуточной прецизионности $\sigma_x, \%$	Показатель правильности $\pm \delta_c, \%$	Показатель точности, $\pm \delta, \%$
Удельное электросопротивление, (Ом мм ²)/мм	от 0,1 до 0,3	0,3	3,5	3,7
Поверхностное электросопротивление, Ом	от 1,0 до 6,0	0,3	1,3	1,5
Относительная анизотропия магнитосопротивления, %	от 2,0 до 4,0	1,1	10	10

Имеющееся технологическое и измерительное оборудование позволяет проводить весь спектр мероприятий от получения наноразмерных пленочных структур до аттестации их состава, геометрических параметров, магнитных и электрических свойств.

Д39 ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЖК С МОНОМОЛЕКУЛЯРНЫМИ ОРИЕНТИРУЮЩИМИ ПЛЕНКАМИ

В.В. Беляев, Д.Н. Чаусов, А.С. Соломатин,
Ан.А. Муравский, Ал.А. Муравский, В.Г. Мазаева
Московский государственный областной университет, Москва

Проведены исследования параметров ориентации жидких кристаллов (ЖК) на поверхности мономолекулярных пленок ориентирующих веществ. Толщина пристеночного слоя ЖК, отвечающего за ориентацию ЖК в объеме, лежит в пределах 10-0.01 мкм [1]. При выполнении электрооптического эксперимента она может изменяться до еще меньших значений.

Рассчитаны значения разности фазовой задержки $\Delta\Phi$ для необыкновенного и обыкновенного лучей в случае одноконстантного приближения (коэффициенты ориентационной упругости ЖК $K_{11}=K_{33}$) с ориентацией директора, соответствующей однородному распределению (Н), поперечному изгибу (S) и продольному изгибу (В) или гибридным геометриям с асимметричными граничными условиями. Предложена процедура экспериментального определения величины $\Delta\Phi$ для ячеек с разной конфигурацией ЖК внутри ячейки и разной по знаку анизотропией диэлектрической проницаемости ЖК. Разработан метод определения энергии взаимодействия ЖК с ориентирующими пленками толщиной от одного молекулярного слоя до нескольких десятков.

Для определения полярной энергии (W) сцепления по вольт-контрастной характеристике при напряжениях $U \gg U_{th}$ использовались методы [2,3]. Распределения угла θ внутри ячейки, описывались выражениями: $\theta(z)=\theta_0=\text{const}$ (Н), $\theta(z)=-2\theta_0 \frac{z}{L}$ (S), $\theta(z)=\theta_0 - (\pi - 2\theta_0) \frac{z}{L}$ (В). Использованы также более сложные геометрии ЖК ячеек, например, твист-конфигурация.

Разработанный метод позволяет исследовать энергию сцепления в ЖК ячейках со сложным распределением директора в них как для обычных каламитических, так и



дископических ЖК (с молекулами стержнеобразной и плоской формы, соответственно). Результаты могут быть использованы для исследований и разработок жидкокристаллических дисплеев и оптических двулучепреломляющих пленок (оптических компенсаторов).

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №12-07-31172_мол_а, 12-07-90006-Бел_а, 12-07-90007-Бел_а, грантов Президента Российской Федерации МК-1969.2012.9 и НШ-1495.2012.8.

Список литературы

1. Блинов Л.М. Жидкие кристаллы: Структура и свойства. М.: Книжный дом, 2013. - 480 с.
2. V.V. Belyaev, A.S. Solomatin, D.N. Chausov, et al., // Proceedings of the XXXI IDRC Eurodisplay 2011, Arcachon, France, 19-22 September 2011, Session S1, P.17-19.
3. A. Murauski, et al., // Phys. Rev. E, 71, 061707 (2005).

Д40 НОВЫЙ НАНОКОМПОЗИТНЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОЛИ(1-ТРИМЕТИЛСИЛИЛ -1-ПРОПИНА) И ПОЛИ(ФЕНИЛ-1-ПРОПИНА) ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева 5
yakovl@catalysis.ru

В последние годы большой интерес исследователей привлекает высокогазопроницаемый пористый полимер поли(1-триметилсилил-1-пропин) (ПТМСП), изначально использовавшийся как материал для мембранной технологии, а в последующем и в качестве хроматографического сорбента. ПТМСП оказался перспективным хроматографическим сорбентом для разделения соединений разных классов благодаря наличию мезо- и микропор и аномально высокому свободному объему. Однако данный полимер подвержен старению, который проявляется в уменьшении свободного объема и, как следствие, снижении проницаемости полимера в течение нескольких месяцев. Для замедления старения полимера в мембранной технологии применяют метод сшивки, изготовление нанокомпозигов, сополимеризацию или смешение с другими полимерами. Из перечисленных способов нами был выбран вариант смешения ПТМСП с дизамещенным полиацетиленом поли(фенил-1-пропином) (ПФП) как наиболее подходящий для реализации в условиях газовой хроматографии. ПФП обладает низкой газопроницаемостью и малым свободным объемом, однако при добавлении его в количестве от 1 до 5 мас.% к ПТМСП старение полимера замедляется более чем в два раза, а газопроницаемость снижается незначительно.

Достаточно большое количество публикаций посвящено изучению хроматографических свойств ПТМСП, а свойства ПФП не были изучены.

Поэтому, мы исследовали хроматографические характеристики ПФП и показали, что свойства этого полимера похожи на свойства неполярной полиметилсилоксановой фазы SE-52.

Затем впервые в качестве хроматографического материала была предложена неподвижная фаза составом 97 % ПТМСП + 3 % ПФП и изучены хроматографические и адсорбционные свойства сорбента Хромосорб Р NAW + 10 % (97 % ПТМСП + 3 % ПФП) на примере разделения неорганических и углеводородных газов, изомеров и гомологов углеводородного ряда, ароматических соединений, спиртов, хлорзамещенных алканов. Показали, что данный сорбент эффективен при решении широкого круга задач как газоадсорбционной, так и газожидкостной хроматографии, таких как совместное определение углеводородов и серосодержащих неорганических газов, анализ примесей хлорзамещенных метанов в CCl_4 , разделение углеводородов и ароматических соединений C_5 - C_{12} , анализ легких углеводородов, разделение смеси фреонов и воды, рис.1, 2, 3.

Также было установлено, что хроматографические свойства сорбента Хромосорб Р NAW + 10 % (97 % ПТМСП + 3 % ПФП) стабильны при продолжительной эксплуатации в течение как минимум 1,5 лет (7000 часов) работы в условиях газовой хроматографии на насадочных колонках в температурном интервале от 30 до 180 °C.

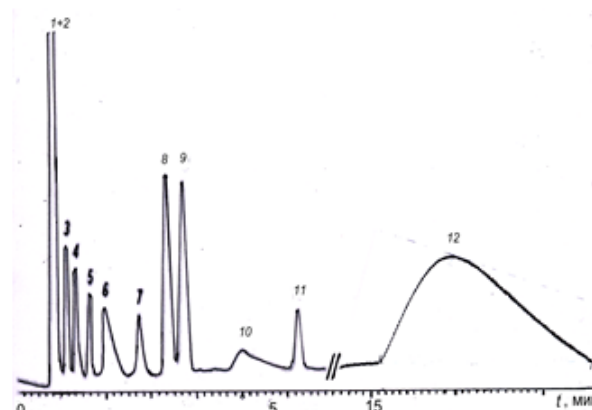


Рис.1. Хроматограмма смеси органических, неорганических газов и воды

1 – $\text{N}_2 + \text{O}_2$; 2 – CH_4 ; 3 – CO_2 ; 4 – C_2H_4 ;
5 – C_2H_6 ; 6 – H_2S ; 7 – COS ; 8 – C_3H_6 ;
9 – C_3H_8 ; 10 – SO_2 ; 11 – C_4H_{10} ; 12 – H_2O

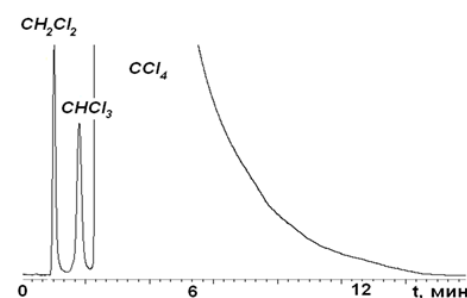


Рис. 2. Хроматограмма разделения хлорсодержащих примесей в четыреххлористом углеороде

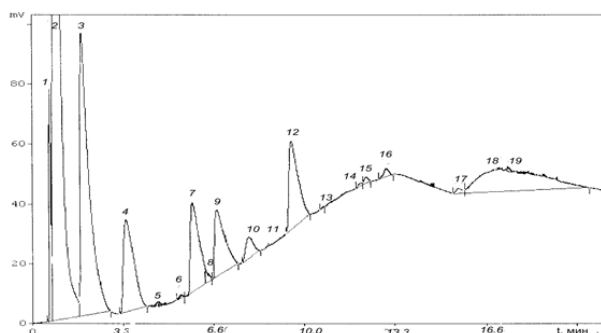


Рис.3. Определение продуктов каталитического синтеза пентафторэтана гидрофторированием перхлорэтилена
1 – воздух; 2 – CO₂; 3 – фреон 125; 4 – фреон 115; 5 – фреон 114a; 6 – фреон 124a; 7 – фреон 124; 8 – фреон 113; 9 – фреон 133a; 10 – фреон 111i; 11 – фреон 123a; 12 – фреон 123; 13 – неид. компонент; 14 – неид. компонент; 15 – неид. компонент; 16 – перхлорэтилен; 17 – неид. компонент; 18 – вода; 19 – неид. компонент

Литература.

1. Яковлева Е.Ю., Белоцерковская В.Ю., Фадеева В.П., Литвак Г.С., Паукштис Е.А., Бабушкин Д.Э. «Влияние химической модификации на газохроматографические свойства полимерных сорбентов Полисорба-1, Хайсепа Q и диатомитового носителя Хромосорба Р NAW» Журнал физической химии. 2009. Т.83. № 5. С. 972-977.
2. Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю. «Хроматографические свойства поли(1-фенил-1-пропина)» Журнал физической химии. 2010. Т.84. № 2. С. 363-368.
3. Яковлева Е.Ю., Белоцерковская В.Ю. «Хроматографические свойства и оценка полярности поли(1-триметилсилил-1-пропина) и поли(1-фенил-1-пропина)» Журнал аналитической химии. 2010. Т.65. №10. С.1039-1045.
4. Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю. «Исследование процесса "старения" поли(1-триметилсилил-1-пропина) методом газовой хроматографии» Журнал структурной химии. 2010. Т.51. С.162-166.
5. Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю. «Хроматографические свойства поли(1-триметилсилил-1-пропина)» Журнал физической химии. 2011. Т.85. №5. С. 939-944.

Л41 ПРИМЕНЕНИЕ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ И СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ С ТЕРМОУПРУГИМИ МАРТЕНСИТНЫМИ ПРЕВРАЩЕНИЯМИ И ЭФФЕКТАМИ ПАМЯТИ ФОРМЫ

Пушин В.Г.

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

К числу наиболее важных научных и технологических инновационных междисциплинарных направлений в области физики и химии конденсированного состояния, материаловедения, обработки металлов давлением и ряда других наук, развиваемых в научно-исследовательских и образовательных учреждениях Российской Федерации, относятся работы по созданию, всестороннему исследованию и применению новых перспективных функциональных и конструкционных наноматериалов и нанотехнологий, осуществляющих как их получение, так и использование. К ним относятся и так называемые умные или

интеллектуальные материалы, и в том числе материалы с памятью.

Известно, что наиболее информативными при определении характеристик структуры как кристаллических, так и аморфных наноматериалов являются дифракционные методы, использующие электроны и рентгеновские лучи, так как длина их волны варьирует от единиц до тысячных долей нанометров. Электронная микроскопия и дифракция электронов характеризуется максимальной силой взаимодействия с веществом, поэтому объекты изучения всегда являются наноматериалами: тонкие пленки, фольги, поверхностные слои, субмикро- и нанокристаллы, многофазные наносистемы и присущие им дефекты структуры. В данной лекции на примере наноструктурных сплавов с эффектами памяти формы анализируются основные методические подходы для нанодиагностики и нанометрологии объемных, тонкомерных или порошковых наноматериалов, их структурных и фазовых состояний. Приведены имеющиеся классификации аморфных, наноструктурных, нанокристаллических и многофазных материалов. Описываются основные аппаратные средства и методы современных дифракционно-зондовых структурных исследований наноматериалов и, в том числе, интегральных методов: дифракции рентгеновских лучей и электронов, локальных методов: растровой и просвечивающей электронной микроскопии и элементного анализа. Рассматриваются общие закономерности и специфические особенности качественной и количественной структурной и фазовой нанодиагностики и нанометрологии, их ограничения, основные измеряемые пространственные кристалло-геометрические, структурно-морфологические и физико-химические параметры материалов, типичные погрешности и способы представления. Описаны технологические процессы и функциональные возможности, включающие различные приставки для электронных микроскопов по элементному анализу, структурным и текстурным исследованиям, фрактографии, *in situ* экспериментам по изучению структурных и фазовых превращений при нагреве, охлаждении и деформации. Обсуждаются вопросы обеспечения единства измерений, методик выполнения измерений, калибровки, поверки средств измерений, стандартных образцов. Широко представлены примеры электронно-микроскопических исследований разных материалов с эффектами памяти формы. Особое внимание обращается на проблемы пробоподготовки наноматериалов для структурных исследований различными методами. Представлены диагностические возможности, структура и типичные примеры из многолетнего опыта работы ЦКП "Электронная микроскопия" УрО РАН на базе ИФМ УрО РАН, иллюстрируется приборный парк, описаны тактика и стратегия его развития и взаимного сотрудничества между заинтересованными специализированными структурными подразделениями, организациями и предприятиями.



Д42 ОПТИМИЗАЦИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОЕВ ФАЗЫ Nb₃Sn В МНГОВОЛОКОННЫХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ КОМПОЗИТАХ Nb/Cu-Sn

И.Л. Дерягина, Е.Н. Попова, Е.П. Романов,
Е.Г. Валова-Захаревская

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург
deryagina@mail.ru

Сверхпроводящие промышленные кабели на основе Nb₃Sn (для магнитных систем ТОКАМАК, ускорительно-накопительных комплексов, Интернационального термоядерного экспериментального реактора - ИТЭР) состоят из тонких проволок ($\varnothing \leq 1$ мм) многоволоконных композитов, содержащих до 14000 сверхпроводящих волокон. Рабочие характеристики провода зависят от количества сверхпроводящей фазы и от ее тонкой структуры, состоящей из наноразмерных кристаллитов Nb₃Sn различной морфологии.

В ИФМ УрО РАН исследования структуры нанокристаллических слоев Nb₃Sn промышленных образцов сверхпроводящих композитов, изготовленных во ВНИИНМ им. ак. Бочвара, проводятся методами просвечивающей (JEM-200СХ) и сканирующей (Quanta-200) электронной микроскопии с применением приставки для элементного микроанализа EDAX. На плотность критического тока (J_c) и верхнее критическое поле (H_{c2}) проводников (при условии механической целостности композита) влияют размеры зерен сверхпроводящей фазы, толщина слоев Nb₃Sn и их морфология, а также их состав ($18 \leq \text{Sn} \leq 25$ ат.%). Для увеличения толщины слоя Nb₃Sn при одновременном снижении среднего размера зерен изменяют режимы диффузионных отжига, а для повышения верхнего критического поля применяют легирование титаном. Формирование фазы Nb₃Sn происходит путем образования в ниобиевых волокнах наноразмерных (10-20 нм) зародышей фазы Nb₃Sn (рис.1а, зародыши Nb₃Sn обведены), количество и размеры которых растут по мере поступления Sn из бронзовой матрицы в процессе диффузионного отжига [1]. Размер зерен фазы Nb₃Sn в сплошных сверхпроводящих слоях, образовавшихся к концу отжига (рис. 1б), зависит от режимов отжига и легирования Nb волокон или бронзовой матрицы титаном.

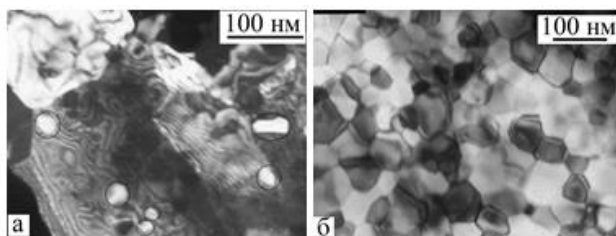


Рис. 1. Композит Nb/Cu-Sn-0,24Ti: а – зарождение слоя Nb₃Sn на первой ступени отжига, 575°C/100ч; темное поле в рефлексах (110)_{Nb}, (210)_{Nb3Sn} и (211)_{Nb3Sn}; б – структура слоя Nb₃Sn после отжига 575°C/100ч + 650°C/100ч

Наши исследования показали, что на структуру слоев сверхпроводящей фазы оказывают влияние и режим термообработки, и легирование. В легированных титаном композитах глубина проработки Nb волокон (степень их превращения в фазу Nb₃Sn) больше, чем в нелегированных, а толщина зоны столбчатых зерен Nb₃Sn (обведена красными

линиями на рис. 2) значительно меньше (ср. рис. 2а и 2б). После двухступенчатого отжига максимальная толщина слоев Nb₃Sn наблюдается у композитов, в которых Nb волокна легированы 1,55-1,75 мас. % Ti. Однако рост концентрации Ti вызывает увеличение размера зерен Nb₃Sn, что может приводить к снижению критических характеристик. Для повышения J_c необходимо, сохраняя глубокую проработку Nb волокон, уменьшать ширину зоны столбчатых зерен и средний размер зерен сверхпроводящей фазы. Способ легирования (Ti можно вводить в Nb-волокна в виде стержней из сплава НТ-50 или растворять в бронзовой матрице) также влияет на морфологию сверхпроводящих слоев [2]. Оптимальной морфологией (минимальная зона столбчатых и максимальная зона равноосных зерен) при минимальном среднем размере зерен обладают композиты с легированной Ti бронзовой матрицей. Именно в таких композитах, изготовленных во ВНИИНМ им. ак. Бочвара для проекта ИТЭР, достигнуты максимальные значения J_c (около 1000 А/мм²).

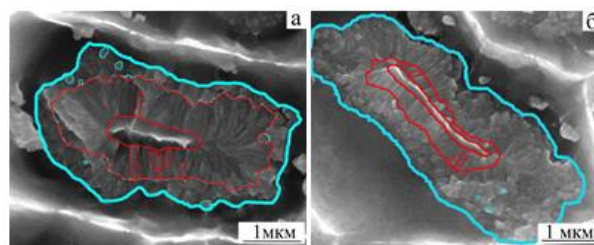


Рис. 2. Структура слоев Nb₃Sn после отжига 575°C/100 ч + 650°C/100 ч:

а - нелегированный композит; б - бронзовая матрица легирована 0,24 мас.% Ti.

Работа выполнена при поддержке Президиума РАН (проект № 12-П-2-1015) на оборудовании ЦКП ИФМ УрО РАН. Исследованные образцы сверхпроводящих композитов изготовлены во ВНИИНМ им. ак. А.А. Бочвара (г. Москва).

[1] Попова Е.Н., Романов Е.П., Сударева С.В. Исследование сверхпроводящих композитов на основе соединений со структурой A15 и высокопрочных проводников Cu-Nb // ФММ, 2003, т. 96, № 2, с. 31–44.

[2] Дерягина И.Л., Попова Е.Н., Романов Е.П. и др. Эволюция нанокристаллической структуры сверхпроводящих слоев Nb₃Sn при двухступенчатом отжиге композитов Nb/Cu-Sn, легированных титаном // ФММ, 2012, т.113, № 4, с. 413-427.



Д43 ПРИМЕНЕНИЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОАНОДИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ И ИХ СПЛАВОВ

Кокатев А. Н., Степанова К.В., Яковлева Н.М.

ФГБОУВПО «Карельская государственная педагогическая академия», Петрозаводск
labnm@kspu.karelia.ru

В последнее время метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), вследствие высокого пространственного разрешения и чувствительности, достаточно широко применяется для исследования структуры и топографических особенностей поверхности различных материалов в нанометровом масштабе, дополняя методы сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Одним из преимуществ метода является возможность изучения диэлектрических объектов. Последующая обработка данных позволяет проводить анализ таких характеристик материала, как размер и форма частиц, шероховатости, механических, электрических и магнитных свойств поверхности.

При оптимальных условиях анодирования ряда металлов и сплавов на их поверхности формируются наноструктурированные оксидные пленки, характеризующиеся регулярным расположением пор наноразмерного диаметра. Такой процесс может быть назван «наноанодированием».

В настоящей работе был использован метод АСМ для изучения морфологии поверхности самоорганизованных анодных оксидных пленок, полученных наноанодированием Al в водных растворах различных кислот, Ti и порошкового сплава Ti-Al в водных и безводных электролитах содержащих ионы фтора. Параллельно проводилось изучение морфологии поверхности пленок методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

АСМ исследования осуществляли на сканирующем зондовом микроскопе Solver Next (ЗАО «НТ-МДТ»). Использовались специальные высокоразрешающие алмазоподобные кантилеверы (NSG10 DLC) длиной 100 мкм, резонансной частотой 190-325 кГц и радиусом кривизны иглы ~1 нм, размер области сканирования варьировался от 0,5 до 5 мкм. Подвод зонда к образцу проводили по специальной многоступенчатой методике. Скорость и шаг сканирования, амплитуду колебаний кантилевера подбирали с ориентировкой на получение максимально резких и контрастных АСМ-изображений. Измерения выполнялись в режиме полуконтактной микроскопии на воздухе, фиксировались изменение амплитуды колебаний иглы кантилевера, что определяет топографию поверхности и сдвиг фазы колебаний, который связан с локальными различиями поверхностной адгезии и может быть интерпретирован как изменение фазового состава. Полученные результаты были сопоставлены с данными сканирующей электронной микроскопии.

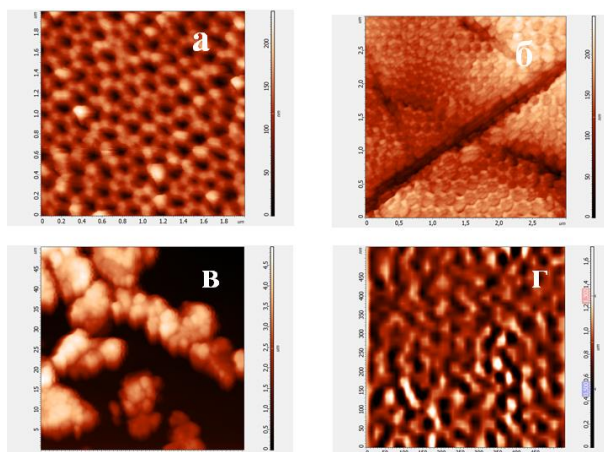


Рис. АСМ изображения поверхности анодированного алюминия (а) и титана (б), порошкового сплава Ti-40%Al до (в) и после анодирования г).

Методом АСМ установлено, что на поверхности самоорганизованных пористых оксидов, полученные наноанодированием Al, Ti и сплава Ti-Al, присутствует упорядоченная система пор (рис.), диаметром 10-200 нм (для оксидов алюминия), 40 -80 нм (для оксидов титана) и 40-60 нм (для оксидов на сплаве Ti-Al). Поверхность наноанодированного сплава Ti-Al характеризуется параметром шероховатости 47 ± 10 нм и высотой неровностей профиля поверхности 59 ± 5 нм. Установлено, что значения размерных характеристик пленок, полученные из анализа АСМ-изображений поверхности хорошо коррелируют с соответствующими данными СЭМ.

Таким образом, была разработана методика проведения АСМ исследования поверхности наноанодированных металлов и сплавов, позволяющая получить адекватные изображения поверхности и комплекс характеристик объектов исследования.

Л44 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИМПУЛЬСНЫХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ

С.Ю. Соковнин

ИЭФ УрО РАН, Екатеринбург

В первой части лекции рассмотрены принципы создания и конструкция установок для получения нанопорошков методом испарения импульсным электронным пучком в газе низкого давления, а также результаты получения и исследования свойств нанопорошков некоторых оксидов металлов.

Созданные установки позволяют получать нанопорошки оксидов с высокой удельной поверхностью (до $338 \text{ м}^2/\text{г}$) при производительности до 12 г/час и удельных затратах энергии ~112 кВтч/г (около 5 энергий сублимации). Во всех порошках присутствуют мелкокристаллическая и крупнокристаллическая фракции, различающиеся размером, а также аморфная компонента. Образование аморфной компоненты в большинстве нанопорошков, полученных с использованием методов электронного испарения импульсным или непрерывным пучком, является их характерной особенностью, что делает методы электронного испарения очень привлекательными для получения и



изучения свойств нанопорошков во взаимосвязи с их аморфным состоянием.

Порошки имеют фрактальное строение, состоят из агрегатов размером от десятков до нескольких сотен нм, образованных кристаллическими наночастицами размером около 3-5 нм, с очень узким распределением частиц по размеру. Порошки имеют высокую дефектность структуры, что отразилось на их магнитных свойствах.

Это же метод позволяет получать наноструктурированные покрытия, прежде всего из оксидов, фазовым составом, структурой и адгезией которых можно управлять режимом напыления. Полученные покрытия обладают уникальными люминесцентными свойствами, в том числе термо- и оптически-стимулированной люминесценциями, позволяющими создать сверхтонкие детекторы ионизирующего излучения.

Далее рассмотрены вопросы получения нанопорошков серебра и оксидов воздействием наносекундным пучком электронов из жидких и газообразных прекурсоров, показаны свойства полученных порошков.

Затронуты проблемы метрологической аттестации полученных порошков и покрытий по химическому составу, морфологии и структуре. Указано, что имеется разница в результатах анализов различных типов диагностик, прежде всего по химическому и фазовому составу нанообъектов.

D45 ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРА И КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОЧАСТИЦ НА ОСНОВЕ ИНТЕРФЕРОМЕТРИИ КОНТРОЛИРУЕМОЙ СРЕДЫ

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

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево
e-mail: lesnikov@vniiftri.ru

Интерферометрия широко используется при решении как фундаментальных, так и прикладных задач в самых различных областях науки и техники [1]. Известны работы по определению случайных дефектов среды и зеркал в интерферометре [2], определению шероховатости поверхности [3]. Нами был разработан интерферометрический метод измерения параметров наночастиц в аэрозолях и взвешях.

При наличии в рабочем промежутке длиной L интерферометра Фабри-Перо наночастиц интенсивность $P(L)$ на его выходе может быть описана уравнением:

$$P(L) = P_0 \cdot \frac{(1-R)^2}{1 + R^2 e^{-4L\alpha} - 2Re^{-2L\alpha} \cos(2L\beta)} \quad (1)$$

где $\alpha = 2\pi N(\lambda/2\pi)^2 \operatorname{Re} S(0)$,

$\beta = (2\pi/\lambda)m_0 + (\lambda/2\pi)^2 N \operatorname{Im} S(0)$, $\operatorname{Re} S(0)$ и $\operatorname{Im} S(0)$ - действительная и мнимая части сечения экстинкции $S(0)$,

соответственно, L - длина рабочего промежутка интерферометра, N - счетная концентрация частиц, λ - длина волны зондирующего излучения, m_0 - показатель преломления окружающей среды.

Формула (1) является исходной для метода определения размеров наночастиц. Если зависимость функции $P(L)$ от параметра L известна, тогда действительная и мнимая части сечения экстинкции $S(0)$ могут быть получены из

соотношения (1). Действительно, записывая условие максимума $P_{\max}(L_n)$ или минимума $P_{\min}(L'_n)$ функции $P(L)$ в виде $2L_n\beta = 2\pi n$, получим

$$L_n = \frac{\pi n}{km_0 + k^{-2} N \operatorname{Im} S(0)}, \quad (2)$$

где: $n = 1, 2, 3, \dots$

Откуда

$$N \operatorname{Im} S(0) = \left(\frac{2\pi}{\lambda} \right)^3 \left[\frac{\lambda}{2\Delta L} - m_0 \right], \quad (3)$$

где $\Delta L = L_{n+1} - L_n$ - расстояние между максимумами функции $P(L)$.

Произведение $N \operatorname{Re} S(0)$ может быть найдено из отношения $\gamma_n^2 = P_{\max}(L_n)/P_{\min}(L'_n)$, т.е.

$$\gamma_n = \frac{1 + R \exp(-2\alpha L_n)}{1 - R \exp(-2\alpha L'_n)} \quad (4)$$

Вводя обозначение $q = \exp(-\alpha \Delta L/2)$ и используя соотношения $L'_n = L_n + \Delta L/2$ и $L_{n+1} = L_n + \Delta L$, получим:

$$N \operatorname{Re} S(0) = \frac{4\pi}{\Delta L \lambda^2} \ln q, \quad (5)$$

где q - решение кубического уравнения вида:

$$q^3 + \gamma_{n+1}^{-1} q^2 - \left(\frac{\gamma_{n+1} - 1}{\gamma_n - 1} \right) \left(\frac{\gamma_n}{\gamma_{n+1}} \right) q - \left(\frac{\gamma_{n+1} - 1}{\gamma_n - 1} \right) \gamma_{n+1}^{-1} = 0 \quad (6)$$

Однако в выражениях (3) и (5) входит счетная концентрация N , поэтому для определения размера частиц по теории Ми рассчитывается отношение $\operatorname{Im} S(0)/\operatorname{Re} S(0)$. Счетная концентрация N вычисляется из (3) или (5) при известном размере частиц.

Список литературы

1. Жиглинский А.Г., Кучинский В.В. Реальный интерферометр Фабри - Перо. Л: Машиностроение, 1983.
2. Сирая Т.И., Эцина А.Л., Эцин И.Ш. Случайные дефекты среды и зеркал в интерферометре Фабри - Перо, Оптика и спектроскопия, Т.45, Вып.1. С.193 - 195.
3. Левин Г. Г., Минаев В. Л., Моисеев Н. Н., Золотаревский С.Ю. Применение оптических интерферометров в эталонном комплексе по определению шероховатости поверхности. Сборник тезисов докладов участников Второго Международного форума по нанотехнологиям. Нанотех. М: 2009 С. 241-242.



Д46 ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОЧАСТИЦ С ПОМОЩЬЮ МНОГОАЗОРНОГО ГАЗОРАЗРЯДНОГО ГЕНЕРАТОРА

А.А. Ефимов^{1,2}, В.В. Иванов^{1,2,3}, А.В. Багазеев³,
И.В. Бекетов³ и И.А. Волков^{1,2}

1. ООО «МЦ РОСНАНО», 117036, г. Москва, 60-летия Октября пр-т, д. 10А
2. Московский физико-технический институт, 141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9, E-mail: newaldan@gmail.com
3. Институт электрофизики УрО РАН, 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 106

В связи с высокой потребностью промышленности в наноматериалах с уникальными физико-химическими свойствами, получение наночастиц является актуальной задачей для создания на их основе новых приборов и продуктов. В ряду множества известных газозарядных методов для производства наночастиц: лазерное испарение, электрический взрыв, левитационное ВЧ испарение и др. – каждый из методов имеет ограниченное применение, как по спектру материалов, так и диапазону синтезируемых наночастиц. В настоящей работе исследуется синтез наночастиц газоразрядным методом, преимуществами которого могут быть широкий диапазон размеров получаемых наночастиц и применимость к большому спектру материалов [1]. Исследования проводили с использованием аэрозольного газоразрядного генератора наночастиц, изготовленного с тремя последовательными газоразрядными промежутками, Рис. 1.

Последовательное соединение нескольких газоразрядных промежутков в генераторе по сравнению с одним разрядным промежутком позволяет генерировать большие количества наночастиц с устойчивым распределением по размерам. В эксперименте использовались конденсаторные батареи емкостью в диапазоне от 0,1 мкФ до 0,5 мкФ, заряжаемые до напряжения 0-5 кВ. Расходуемые разрядные электроды были изготовлены в форме цилиндров длиной 100 мм и диаметром 5 мм. Исследования проводились с титановыми и алюминиевыми разрядными электродами. Через разрядную камеру пропусклся непрерывный поток очищенного и осушенного воздуха, расход которого регулировался в диапазоне от 0 до 160 л/мин. Максимальная частота следования разрядных импульсов составляла 10 Гц.

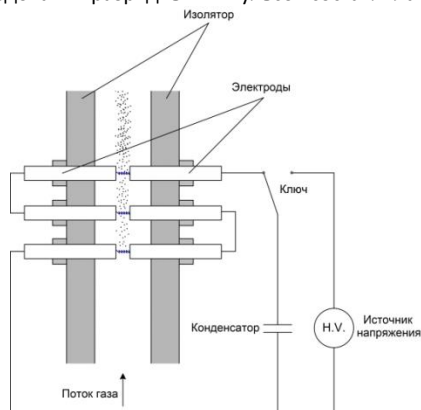


Рис. 1. Схема аэрозольного газоразрядного генератора наночастиц с тремя разрядными промежутками

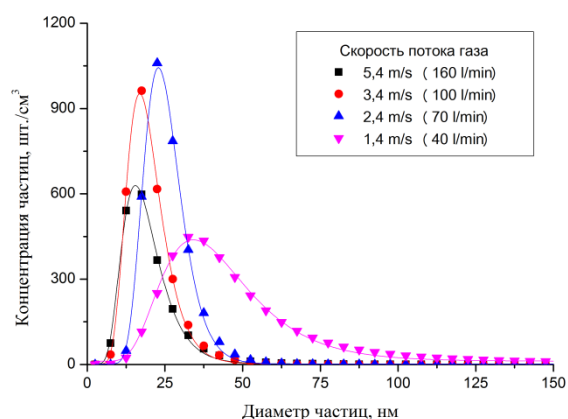


Рис.2 Распределение частиц аэрозоля по размерам в зависимости от скорости потока воздуха (титановые электроды; $C = 0,33$ мкФ; $U = 2,0$ кВ и $f = 0,5$ Гц)

Большинство известных работ по измерению распределений частиц по размерам, генерируемых газоразрядными генераторами, было выполнено с использованием сканирующего анализатора дифференциальной электрической подвижности [2]. Однако анализаторы данного типа могут иметь систематические погрешности в измерениях распределения частиц по размерам, поскольку частицы, генерируемые в газовом разряде, могут иметь несферическую форму и низкую вероятность зарядки из-за малых размеров частиц. Поэтому для исключения подобных факторов мы использовали другой метод измерения параметров аэрозольных наночастиц. В данной работе распределение частиц по размерам, генерируемых в газовом разряде, впервые измерялось с помощью диффузионного аэрозольного спектрометра (модель 2702, ООО «АэроНаноТех», Россия). Метод измерения данного типа основан на анализе коэффициентов проскоков частиц через секции диффузионных батарей [3]. В ходе экспериментов определялось влияние рабочих параметров газоразрядного генератора на распределения по размерам генерируемых частиц. Варьируемыми параметрами аэрозольного газоразрядного генератора были зарядное напряжение (U), частота разрядов (f), емкость конденсаторной батареи (C), скорость потока газа (v) и тип материала электродов. Типичный пример измеренных распределений частиц по размерам показан на Рис. 2. Установлено, что размерами и концентрациями частиц аэрозоля можно управлять в широких диапазонах от 5 до 90 нм (от 10^4 до 10^7 частиц/см³), просто варьируя рабочие параметры генератора, тем самым продемонстрировано, что метод газоразрядного получения частиц является удобным в исследовании и производстве наночастиц.

1. Tabrizi и др., Journal of Nanoparticle Research, 11 (2), pp. 315-332 (2009)

2. Meuller и др., Aerosol Science and Technology, 46 (11), pp. 1256-1270 (2012)

3. Julianov и др., Atmospheric Research, 62 (3-4), pp. 295-302 (2002)



ТЕЗИСЫ СТЕНДОВЫХ ДОКЛАДОВ

С1 ПРОГРАММА ИЗМЕРЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ РАЗОРИЕНТИРОВОК РЕШЁТКИ КРИСТАЛЛА ДЛЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Агафонов Л.Ю., Колосов В.Ю.

Уральский федеральный университет,
Екатеринбург, E-mail: 7Cookie@gmail.com

С использованием программного пакета Wolfram Mathematica 8.0.4.0 реализован алгоритм массового измерения кристаллографических разориентировок на светопольных изображениях в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ). Результатом действия измерений нашей программы является матрица значений и соответствующий график изменения разориентировки вдоль отражения, соответствующего данной кристаллографической плоскости hkl , полученный серией автоматически проведенных измерений расстояния между парой изгибных кристаллографических плоскостей противоположного знака.

Для работы программы требуется выделить область измерения на электронно-микроскопическом изображении (или микрофотографии) и пару кристаллографических плоскостей противоположного знака hkl и $-h-k-l$ (определяемых стандартными процедурами с использованием микродифракции и сопоставления темнопольных и светопольных изображений для каждого из анализируемых рефлексов [1]). После этого автоматически производится распознавание указанных линий в пределах области измерения и проводится серия замеров расстояний между ними. Замеры осуществляются через равные расстояния вдоль линий с регулируемой частотой. Максимально точное периодическое расположение мест замеров обеспечивается двухпроходной методикой, где при первом проходе устанавливается расположение средней линии, вдоль которой и отмеряются расстояния между местами проведения замеров.

Алгоритм позволяет быстро проводить большое число замеров, опираясь на однообразные критерии определения таких параметров, как точное расположение линий кристаллографических плоскостей и направления измерения расстояния между ними. При проведении измерения вручную, эти параметры непостоянны и сильно зависят от субъекта измерения, таким образом, применение автоматизированного метода способствует достижению единства измерений и уменьшению случайной погрешности измерений. При этом разработанный алгоритм допускает тонкую настройку параметров измерения, что позволяет пользователю адаптировать его для широкого спектра входных данных, представленных ПЭМ изображениями, которые могут сильно различаться в зависимости от исследуемого кристаллического образца.

Путём тонкой настройки параметров работы алгоритма, пользователю предоставляется возможность регулировать баланс между точностью и скоростью проведения измерения. Кроме того, реализация алгоритма предусматривает возможность наблюдения предварительных результатов работы программы непосредственно в процессе выполнения обработки, что

позволяет пользователю следить за корректностью хода расчётов и вносить коррективы, не дожидаясь получения конечных результатов.

Пример результата обработки программой изображения на рис. 1.а приведён в таблице 1 и представлен в виде графика на рис.1.б. Таблица 1. Переход от линейных замеров к угловым производится по формуле $\psi = \lambda / M \cdot d$, где M — расстояние между контурами hkl и $-h-k-l$, мкм; d_{hkl} — межплоскостное расстояние в системе плоскостей hkl , λ — длина волны электронов, Å.

№ замера	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
М, мкм	0,148	0,166	0,172	0,178	0,172	0,172	0,172	0,172	0,172	0,185
№ замера	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
М, мкм	0,185	0,191	0,191	0,191	0,191	0,178	0,185	0,178	0,178	0,197
№ замера	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
М, мкм	0,203	0,178	0,166	0,160	0,154	0,160	0,166	0,172	0,185	0,172
№ замера	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
М, мкм	0,178	0,178	0,178	0,197	0,209	0,240	0,258	0,289	0,314	0,338

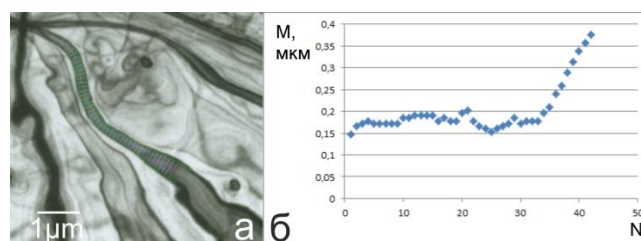


Рис.1. Результат работы алгоритма: а — обработанное ПЭМ изображение кристалла с зонно-осевой картиной (правый верхний угол) лучеобразно исходящих пар изгибных экстинкционных контуров, б — график разориентировок для пары контуров с отметками.

[1]. Утевский, Л. М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л. М. Утевский. — М.:Металлургия, 1973. — 584 с.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ.

С2 ГЕНЕРАТОР АЭРОЗОЛЕЙ НА ОСНОВЕ ИМПУЛЬСНОГО УСКОРИТЕЛЯ ПЛАЗМЫ

И.В. Бекетов¹, В.В. Иванов^{1,2,3}, А.В. Багазеев¹, А.А. Ефимов^{2,3}, А.И. Медведев¹,

А.М. Мурзакаев¹, О.Р. Тимошенкова¹

1. Институт электрофизики УрО РАН, 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 106

2. ООО «МЦ РОСНАНО», 117036, г. Москва, 60-летия Октября пр-т, д. 10А

3. Московский физико-технический институт, 141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9

В настоящее время в связи с распространением нанотехнологий и внедрением их в промышленность возникает необходимость контроля концентрации и дисперсности аэрозольных наночастиц, присутствующих в атмосфере и в выбрасываемых в атмосферу газах. Для этого разрабатываются анализаторы аэрозолей, определяющие концентрацию аэрозольных частиц, их средний размер и ширину распределения частиц по размерам. В связи с этим также возникает необходимость и в разработке генераторов аэрозолей с заданной концентрацией, состоящих из слабо агломерированных наночастиц требуемого размера и узким распределением для калибровки и поверки таких анализаторов. Одним из перспективных типов генераторов,



подходящих для решения этой задачи, является импульсный эрозионный ускоритель плазмы.

В данной работе разработаны и изготовлены ускоритель плазмы коаксиального типа и установка для получения аэрозольных наночастиц на его основе. Подача энергии к ускорителю осуществлялась от генератора импульсных токов с варьируемым емкостным накопителем 0,25-3,2 мкФ. Энергия, запасенная накопителем, изменялась от 30 до 360 Дж, а частота следования разрядных импульсов от 0,5 до 1 Гц. Длина ускорительного канала - 100 мм, внутренний диаметр - 50 мм. К выходу ускорителя подключалась газовая система, состоящая из последовательно соединенных устройств сепарации и улавливания наночастиц. Генерация аэрозольных частиц осуществлялась в воздушном потоке при атмосферном давлении. Исследованы условия получения аэрозолей в результате эрозии железных и алюминиевых электродов. Показано влияние энергии, подводимой к ускорителю, на концентрацию аэрозоля и параметры распределения наночастиц по размерам. Наночастицы, образующиеся в канале ускорителя анализировались методами РЭМ, ПЭМ, элементный состав определялся методом ЭДРС, а получаемые аэрозоли анализировались с помощью диффузионного аэрозольного спектрометра ДАС 2702 (ООО «АэроНаноТех»), подключенного к газовой системе установки. Электронно-микроскопическими исследованиями показано, что наночастицы, образующиеся в канале ускорителя, слабо агломерированы и имеют сферическую форму, а размер основной фракции находится в диапазоне от 20 до 200 нм. Параметры разряда оказывают влияние на характеристики распределения частиц по размерам и концентрацию аэрозольных частиц. Увеличение энергии, выделяющейся при разряде, приводит к увеличению концентрации аэрозольных частиц. При этом ширина распределения частиц по размерам увеличивается, а максимум распределения смещается в область больших размеров за счет увеличения доли крупных частиц. Снижение энергии емкостного накопителя ниже 100 Дж приводит к заметному уменьшению доли крупных частиц более 100 нм и существенному уменьшению ширины распределения частиц по размерам. При этом концентрация аэрозоля остается на сравнительно высоком уровне и составляет около $5 \cdot 10^6 \text{ см}^{-3}$. Кроме того, при работе в области низких энерговыделений значительно снижается эрозия электродов, а электродная система переходит в режим абляции. Таким образом, в ходе проведенных экспериментов исследованы режимы генерирования аэрозолей в широком диапазоне энерговыделений, что позволяет, контролируемо выбрать условия для получения потоков аэрозолей с требуемым размером частиц.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ по проекту № 12-08-01155-а.

C3

ИССЛЕДОВАНИЕ ОТКЛОНЕНИЙ ОТ СТЕХИОМЕТРИИ ДЛЯ НАНОПОРОШКОВ ДИОКСИДА ТИТАНА С ПОМОЩЬЮ МЕТОДИКИ ЯДЕРНОГО МИКРОАНАЛИЗА

Выходец В.Б.¹, Куренных Т.Е.¹, Бекетов И.В.², Багазеев А.В.², Медведев А.И.²

¹ Институт физики металлов УрО РАН, 620990, Екатеринбург, ул. С.Ковалевской, д. 18

² Институт электрофизики УрО РАН, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 106
beketov@iep.uran.ru

Физико-химические свойства оксидных нанопорошков и технологий их синтеза являются предметом многочисленных исследований. Это связано с перспективами применения нанопорошков в катализе, медицине, электрохимических и других устройствах, их используют также для получения керамических конструкционных материалов с высокими функциональными характеристиками. Важнейшей характеристикой оксидных нанопорошков является их химический состав, в первую очередь, отклонения состава от стехиометрии. В настоящее время опытные данные по нестехиометрии оксидных нанопорошков малочисленны, физические факторы, приводящие к отклонениям от стехиометрии, пока не установлены. Поскольку синтез нанопорошков часто осуществляется в сильнонеравновесных условиях, отклонения от нестехиометрии могут быть обусловлены причинами кинетического характера. Они могут также определяться термодинамическим фактором, т.е. малым размером наночастиц.

В работе были изучены отклонения от стехиометрии для нанопорошков диоксида титана, синтезированных с помощью различных технологий. Объектами исследований были нанопорошки, полученные с помощью лазерного испарения керамической мишени, газофазного и химического (*sol-gel*) методов. Порошки, синтезированные двумя первыми методами, содержали кристаллические фазы рутил и анатаз, а порошки, полученные химическим методом, только анатаз. Параметры кристаллических решеток во всех случаях совпадали с таковыми для массивных образцов, микроискажения структуры отсутствовали. Кроме того, во всех порошках зафиксировано присутствие до 10 % аморфной фазы. Удельная поверхность нанопорошков была в интервале от 60 до 180 м²/г. Измерения отклонений от стехиометрии TiO₂ в нанопорошках проводились с помощью ускорительной методики ядерного микроанализа. Использовался 2 МВ ускоритель Ван де Графа и реакция ¹⁶O(d,p)¹⁷O⁺ при энергии частиц первичного пучка 900 кэВ. В зоне анализа находилось около 10¹² наночастиц оксида. Точность измерения концентрации кислорода составляла несколько процентов, при этом могли быть зарегистрированы отклонения от стехиометрического индекса в соединении TiO₂ на уровне 0,05. Были установлены значительные отклонения в сторону дефицита по кислороду от стехиометрии TiO₂ для двух технологий синтеза порошков. В случае газофазного метода значение индекса *x* в формульной записи TiO_{*x*} составило 1,87 при значении удельной поверхности 82 м²/г, а для технологии лазерного испарения керамической мишени - 1,70 при удельной поверхности 92 м²/г. Для технологии, основанной на химическом методе, отклонения от стехиометрии не обнаружены в диапазоне значений удельной поверхности от 60 до 180 м²/г.

Полученные результаты обсуждены в модели, оперирующей представлениями о формировании на поверхности оксидных частиц монослоя с пониженной по



отношению к стехиометрии концентрацией кислорода в тех случаях, когда для синтеза нанопорошков используются сильнонеравновесные технологии. Таковыми по результатам работы являются технология лазерного испарения керамической мишени и газофазный метод. Напротив, химический метод может быть отнесен к технологиям с незначительными отклонениями от равновесных условий. Таким образом, в случае нанопорошков диоксида титана наблюдались отклонения от стехиометрии в сторону дефицита по кислороду, обусловленные причинами только кинетического характера. В рамках использованной модели такого рода отклонения от стехиометрии возрастают при уменьшении среднего размера частиц порошка и могут быть значительными для нанопорошков с удельной поверхностью выше $80 \text{ м}^2/\text{г}$.

Работа выполнена при поддержке программы фундаментальных исследований УрО РАН, проект № 12-И-2-2041.

С4 ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ CU-Nb С РАЗНОЙ СТЕПЕНЬЮ ДЕФОРМАЦИИ

Валова-Захаревская Е.Г.¹, Попова Е.Н.¹, Дерягина И.Л.¹, Хлебова Н.Е.², Панцырный В.И.²

¹Институт Физики Металлов УрО РАН, г.

Екатеринбург

²ОАО ВНИИ Неорганических Материалов им. ак.

Бочвара, г. Москва

e-mail: valova@imp.uran.ru, deryagina@mail.ru

Необходимость разработки и совершенствования высокопрочных наноконкомпозитов Cu-Nb обусловлена потребностью создания проводов для крупных импульсных магнитных систем. Эти композиты получают следующим образом: смесь меди с ниобием расплавляют, и слитки подвергают волочению, в процессе которого Nb дендриты вытягиваются и приобретают ленточную форму. Стренды Cu-Nb собирают в медной матрице и подвергают многократному волочению с промежуточными отжигами для получения проводника, в котором размеры Nb волокон становятся нанометрическими (рис. 1). Цель работы - выявить особенности структуры и сравнить композиты с разной степенью деформации, изготовленные во ВНИИМ им. ак. Бочвара [1,2]. Два образца - круглый пруток диаметром 15,36 мм с деформацией $\ln_{\text{ц}} = 10,18$ (обр. 1) и плоский пруток сечением 3 мм × 5,8 мм с деформацией $\ln_{\text{ц}} = 12,50$ (обр. 2) - исследовались методом сканирующей (Quanta-200) и просвечивающей (JEM-200CX) микроскопии.

В обоих образцах обнаружена радиальная неравномерность распределения Nb волокон внутри стрендов - более светлые области соответствуют повышенному количеству Nb волокон в матрице (рис. 1б). В образце 2 Nb волокна более дисперсные.

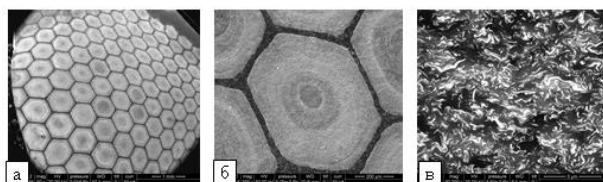


Рис. 1. СЭМ-изображения образца 1 в поперечном сечении: а - общий вид, б - отдельный стренд, в - ниобиевые волокна в медной матрице внутри стренда

На рисунке 2 представлена тонкая структура образца 1. В поперечном сечении (рис. 2а) видны темные волокна ниобия разнообразной формы, толщиной $\sim 20\text{--}40 \text{ нм}$. Зерна меди представляют собой многогранники размерами $100\text{--}200 \text{ нм}$, с низкой плотностью дислокаций, обусловленной динамической рекристаллизацией. На электронограммах в поперечных сечениях в основном наблюдаются яркие рефлексы от плоскостей меди, поскольку ленты ниобия менее прозрачны. Тем не менее, на многих электронограммах наблюдается размытое дебаевское кольцо с усилениями (рис. 2б, показано стрелками), которое соотносится с плоскостью $(110)_{\text{Nb}}$. Авторы [3] высказали предположение, что это гало связано с аморфизацией приграничных областей ниобия. В [4] приведены данные РСА об искажении решетки ниобия вследствие влияния больших деформаций в композите. Отклонение от табличных значений межплоскостных расстояний решетки ниобия прослеживается и на электронограммах, как в поперечном, так и в продольном сечениях обоих образцов. Например, на рис. 2г отмечены плоскости Nb с осями зон $[001]_{\text{Nb}}$ и $[111]_{\text{Nb}}$, причем межплоскостные расстояния для $[001]_{\text{Nb}}$ несколько больше табличных. Присутствие одновременно двух плоскостей обратной решетки Nb, связанное с ленточной формой волокон и наличием в них ограниченной текстуры, наблюдались нами в таких композитах и ранее [5,6]. Для этих композитов характерна острая аксиальная текстура с направлениями $\langle 110 \rangle_{\text{Nb}} \parallel \langle 111 \rangle_{\text{Cu}} \parallel$ оси волочения. При этом между указанными осями Nb и Cu всегда имеется расхождение $\sim 4^\circ$ (рис. 2г), обусловленное полукоргерентным состоянием границ раздела [7].

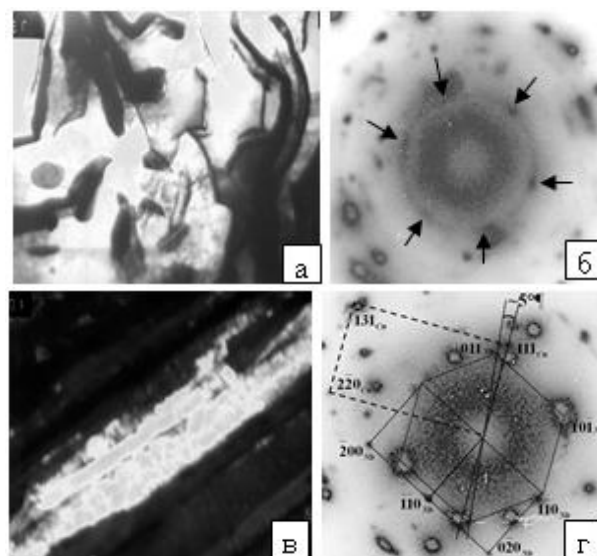


Рис. 2. Тонкая структура образца 1: а - светлое поле в поперечном сечении, б - темное поле в рефлексе $(110)_{\text{Nb}}$ в продольном сечении, в, г - электронограммы

Литература:

1. Shikov A., Pansyrnyi V., Vorobieva A., Khlebova N., Silaev A., Phys. C, 2001, v. 354, No.1-4, p. 410-414.
2. Pansyrnyi V., Shikov A., Vorobieva A., Khlebova N., Kozlenkova N., Potapenko I., Polikarpova M. IEEE Trans. Appl. Supercond., 2006, v. 16, No. 2, p. 1656-1659.
3. Sauvage X., Renaud L., Deconihout B, et al. Acta Mater., 2001, v. 49, p. 389-394.
4. Панцырный В.И., Хлебова Н.Е., Лаушкин А.В., Медков В.В. Труды VIII Всероссийской конференции «Физикохимия



ультрадисперсных (нано-) систем (ФХУДС-VIII)», Белгород, 2008, с. 127-131.

5. Popova E.N., Popov V.V., Rodionova L.A., Sudareva S.V., Romanov E.P., Vorobyova A.E., Hlebova N.E., Pantsyrny V.I., Shikov A.K. Textures and Microstructures, 2000, v. 34, p. 263-277.

6. Popova E.N., Popov V.V., Romanov E.P., Hlebova N.E., Shikov A.K. Scripta Mater., 2004, v. 51, p. 727-731.

7. Snoeck E., Lecouturier F., Thilly L., Pantsyrny V., Shikov A., Nikulin A., Scripta Mater., 1998, v. 38, 1643-1648.

C5 ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ СПЕЦИАЛЬНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦЫ ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ ПОКРЫТИЙ И РАЗРАБОТКА СО

Васильев А.С.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ»)
buhram@e1.ru

Государственный первичный специальный эталон единицы поверхностной плотности покрытий ГЭТ 168-2010 предназначен обеспечения единства измерения в области измерений поверхностной плотности покрытий в диапазоне (0,1-1000) г/м². С помощью стандартных образцов утвержденного типа, аттестованных на ГЭТ 168-2010, методом прямых измерений осуществляется передача единицы измерителям поверхностной плотности покрытий, используемым в металлургии, электронной, химической и других отраслях промышленности.

Воспроизведение и передача единицы СО осуществляется с использованием двух методов (рентгенофлуоресцентного и метода обратно-рассеянного бета-излучения), реализованных в четырех блоках эталона.

Эталон позволяет проводить испытания (аттестацию) СО поверхностной плотности покрытий из элементов от магния до титана, диапазон толщин от 10 нм до десятков микрометров в зависимости от атомного номера элемента.

Для подтверждения измерительных возможностей эталона проводятся сличения в рамках КОOMET.

Для метрологического обеспечения испытаний, выпуска и эксплуатации радиоизотопных толщиномеров покрытий на эталоне разработано и аттестовано 30 типов ГСО, которыми были оснащены центры стандартизации и метрологии, а также метрологические службы предприятий-производителей и потребителей толщиномеров покрытий.

В число разработанных стандартных образцов входят ГСО поверхностной плотности и толщины покрытий (включая многослойные), запланирована совместно с другими лабораториями разработка СО толщины и состава покрытия.

Начиная с 2010 года на эталоне разрабатываются СО в диапазоне поверхностной плотности покрытий (0,1-1,0) г/м², что соответствует толщине покрытий (10-100) нм. Прошли испытания 1 типа ГСО, в данный момент разрабатываются еще 2 типа СО в этом диапазоне.

Аттестованные помощью ГЭТ 168-2010 стандартные образцы высоты ступени танталового покрытия на стекле используются для метрологического обеспечения измерений толщины нанопокрывов на основе сплавов черных, цветных металлов, а также нанопленок и нанопокрывов на основе полимеров методами интерференционной оптической микроскопии (оптической профилометрии) и механической профилометрии в диапазоне измеряемых толщин от 10 до 10000 нм.

В докладе также приведены характеристики стандартных образцов поверхностной плотности и толщины покрытий: диапазон значений, погрешность и неопределенность значений, а также освещены аспекты использования ГЭТ 168-2010 и стандартных образцов утвержденного типа для обеспечения единства измерения поверхностной плотности покрытий.

Литература

1 Государственный первичный специальный эталон и стандартные образцы в обеспечении единства измерений поверхностной плотности покрытий Казанцев В.В., Васильев А.С. Журнал Измерительная техника, 2011, № 10, с. 48-50

2 О сличении эталонных средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий с использованием стандартных образцов, Казанцев В.В. Журнал «Стандартные образцы», 2005, № 1, с. 34-40

C6 ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТЕЙ ДИСКРЕТИЗАЦИИ СИГНАЛОВ ВО ВРЕМЕНИ В АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

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

Башкирский государственный университет,
g_ss@rambler.ru

Все современные атомно-силовые микроскопы (АСМ) построены на основе цифровых методов обработки измерительной информации и цифровых методов управления используемыми процессами измерений.

Цифровая обработка измерительной информации в АСМ сопровождается специфическими погрешностями, обусловленными эффектами квантования сигналов во времени и по уровню. Хотя формально к настоящему времени погрешности цифровой обработки сигналов хорошо изучены теоретически, описаны и классифицированы, при использовании всех современных промышленных цифровых измерительных приборов их последовательный учет значительно затруднен. В первую очередь, это связано с тем, что промышленные измерительные приборы выпускаются на коммерческой основе, поэтому производители приборов не заинтересованы в широкой огласке всех тонкостей построения и функционирования приборов, поскольку такая информация прямым образом способствует прогрессу потенциальных конкурентов.

Во всех современных АСМ сигналы, поступающие с первичных измерительных преобразователей, подвергаются комплексной многоэтапной цифровой обработке, и может показаться, что при анализе процесса измерений на экспериментатор получает полную информацию о структурной схеме информационно-измерительной системы и о процессе измерений. При этом он абсолютно уверен в том, что полностью задает и контролирует все режимы измерений. Необходимые рекомендации по их выполнению обычно содержатся в обширной многотомной технической документации работы на АСМ, выполненной согласно ГОСТ Р 8.563-2009 [1], и может показаться, что экспериментатор полностью осведомлен о всех методических тонкостях проведения измерений. На примере погрешностей, связанных с дискретизацией сигналов во времени, следует разобраться в том, какая информация могла бы оказаться полезной экспериментатору для полной оценки погрешностей измерения на АСМ.



Первая погрешность измерений связана с квантованием сигнала во времени. За счет этого спектр дискретизированного сигнала распределяется по бесконечному множеству спектральных окон, смещенных друг относительно друга на целое число частоты дискретизации. Спектральные компоненты из соседних спектральных окон, накладываясь друг на друга, в той или иной мере влияют не только на точность, но и на основную картину исследуемого процесса. В частности, на исследуемом изображении образцов могут появиться четкие и выраженные структурные периодичности, многократно превышающие по шкале расстояний фактические периодичности изображения. Уменьшить указанные нежелательные явления могут антиэлайзинговые фильтры, установленные на входе АЦП. Как правило, производитель избегает сообщать о том, установлены ли антиэлайзинговые фильтры в прибор, и если установлены, то какого типа и порядка.

При оценке характера и количественных характеристик проявления элайзинга в конкретных атомно-силовых микроскопах у экспериментатора и, конечно, у метрологов должны возникать следующие вопросы: какие антиэлайзинговые фильтры установлены в используемый или аттестуемый АСМ, каков их порядок, как выбирается частота среза антиэлайзингового фильтра, какие у них динамические свойства и каковы фазово-частотные характеристики?

Вторая погрешность связана с апертурным временем АЦП. Эта характеристика способна вызвать завал высокочастотных компонент спектра сигнала до 36 %, а на АСМ изображениях может повлиять на шероховатость поверхности (поверхность может оказаться более гладкой).

Третья погрешность связана с краевыми искажениями: информация накапливается и обрабатывается блоками, в начале и в конце которых возникает прекращение обработки сигнала, приводящее к скачку сигнала и краевым искажениям спектров, для уменьшения которых применяют временные оконные функции, информация о которых отсутствует.

Четвертая погрешность связана с повторной дискретизацией сигналов во времени, при которой существенно возрастают погрешности, связанные с элайзингом.

Литература

1. ГОСТ Р 8.563-2009.- Методики (методы) измерений. М.: Стандартинформ, 2010. - 27 с.
2. Гоц С.С., Бахтизин Р.З., Журавлев Г.И., Севницкий С.А. Тез. докл. 5-й школы «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и нано-индустрии». – Черногловка, 2012. – С. 25.

C7

СОЗДАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕРМОХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Клековкин И.В.¹, Шувалов Г.В.¹, Ильин А.П.², Ясырова О.А.³

¹ФГУП «СНИИМ», 630004, г. Новосибирск, пр.

Димитрова, 4, director@sniim.nsk.ru

²ТПУ, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30

³Омский институт водного транспорта ФГБОУ ВПО «НГАВТ», г.Омск, ул. Ивана Алексеева ул., д. 2

В последнее время возрос интерес к использованию наноматериалов для повышения срока службы машин и механизмов в виде, так называемых, металлоплакирующих смазочных материалов, при использовании которых на поверхностях пар трения образуются тонкие пленки металлов.

При создании металлоплакирующих смазочных составов важную роль играют структурно-энергетические характеристики нанопорошков металлов, получившие название термохимических параметров. Для их определения использовался дифференциальный термический анализ (ДТА), на основе которого определяют четыре параметра химической активности исходных НП и их смесей: температуру начала окисления (Тн.о., °C), степень окисленности (α , %), максимальную скорость окисления ($V_{\max}$, %мас./с) и удельный тепловой эффект ($\Delta H/\Delta m$, отн. ед.)

В работе использовали термоанализатор SDT Q600, анализ проводили в режиме линейного нагрева в интервале 20...1000 °C со скоростью нагрева 10 град./мин в атмосфере воздуха. Типичная термограмма нанопорошка алюминия приведена на рисунке 1.

Были исследованы термохимические параметры еще ряда нанопорошков металлов, которые приведены в таблице 1.

Учитывая термохимические параметры нанопорошков металлов и их излучательные энергетические характеристики в виде плотности теплового потока можно построить шкалу термической безопасности нанопорошков металлов.

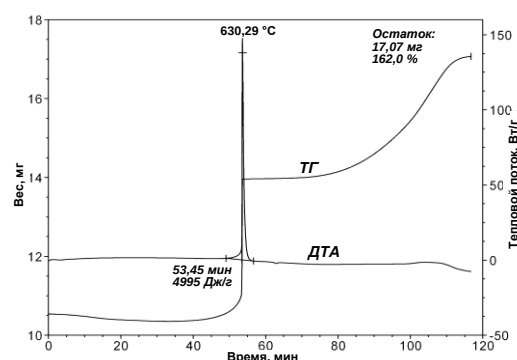


Рисунок 1. – Термограмма нанопорошка алюминия



Таблица 1 - Термохимические параметры нанопорошков металлов

№пп	Нанопорошок	ΔH кДж/г	T _{но} , °C	α, %	Макс. тепловой поток (Вт/м²)	Термическая опасность, Р
1	алюминий	31	420	97,8	22,6	0,96
2	титан	19,6	120	98,8	26,3	0,72
3	молибден	7,9	175	96,5	4,5	0,46
4	железо	7,3	160	93,2	4,6	0,46
5	никель	5,2	165	91,4	4,8	0,45
6	нихром	5,2	165	91,9	4,8	0,45
7	медь	2,4	165	89,3	2	0,41
8	вольфрам	4,5	110	98,7	6	0,41

Расчет термической безопасности нанопорошков металлов можно провести по формуле, учитывающей все термохимические параметры нанопорошков металлов:

$$P = 0,25 \cdot \left(\frac{\Delta H_i}{\Delta H_{\max}} + \frac{T_i}{T_{\max}} + \frac{\alpha_{\max}}{\alpha_i} + \frac{P_i}{P_{\max}} \right).$$

Результаты определения термической безопасности нанопорошков металлов приведены в таблице 1.

Таким образом, в результате проведенных исследований были определены термохимические параметры нанопорошка, которые необходимо учитывать при разработке металлоплакирующих смазочных материалов.

С8 УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ НАНОКОМПОЗИТОВ И СЛОИСТЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР 4-Х ЗОНДОВЫМ МЕТОДОМ ВИК-УЭС

Кобелева С.П.*, Анфимов И.М.***, Щемеров И.В.***, Козлова Н.С.*, Соловьева Ю.С.*

*НИТУ "МИСиС", kob@misis.ru.

**НИТУ "МИСиС", ООО "РИИС" (Москва), Россия

Четырехзондовый метод измерения удельного (УЭС) и поверхностного (ПЭС) электросопротивления проводящих материалов и структур является незаменимым в микроэлектронной и наноэлектронной отраслях, т.к. основным компонентом при создании микро- и наноэлектронных устройств является пластина (полупроводниковая, диэлектрическая) с нанесенным на неё слоем полупроводника или нанокompозита [1]. Современные технологии приборостроения предъявляют повышенные требования к однородности распределения УЭС (ПЭС), особенно в части наноразмерных структур. Это, в свою очередь, определяет высокие требования к погрешностям измерительной аппаратуры.

Систематическая погрешность 4-х зондового метода определяется в основном влиянием геометрических размеров образца на распределение электростатического потенциала при измерениях. Наиболее методически проработанным в этом плане является 4-х зондовый метод с линейным расположением зондов. В международной системе стандартов для полупроводниковой отрасли, выпускаемых SEMI, детальному описанию метода посвящено 5 стандартов [2]. Это позволяет минимизировать систематические погрешности, связанные с геометрией измеряемых образцов. При измерении УЭС

полупроводниковых материалов важен правильный выбор величины измерительного тока. Большие значения токов могут привести к изменению электропроводности за счет нагрева образца и за счет инжекции носителей заряда через контакт, что также влияет на систематическую погрешность измерений. Случайные погрешности измерений определяются погрешностями электронной части измерительных установок и погрешностями, связанными с качеством измерительных головок и поверхности измеряемого образца. Последние два фактора вносят наибольший вклад в систематическую погрешность измерений.

Специалистами НИТУ «МИСиС» и ООО «РИИС» разработана установка для измерения УЭС и ПЭС проводящих материалов (ВИК-УЭС), в которой учтены все рекомендации международных стандартов для данного типа средств измерений. Манипулятор установки создан с использованием зондовой головки С2080 с межзондовым расстоянием $1,3 \pm 0,1$ мм (зонды из карбида вольфрама с рубиновыми вставками). Автоматически выбирается диапазон тока в интервале от 10^{-7} до 0,1 А, измерения проводятся при двух направлениях тока, при расчете УЭС и ПЭС учитываются все геометрические поправки. Пределы измерения ПЭС от 1 МОм·см до 0,001 Ом·см, УЭС от 200 К Ом·см до 0,0005 Ом·см.

Метрологические характеристики установки определяли по методике [3]. Случайная погрешность измерения не превышает 0,5 % (УЭС меньше 1000 Ом·см) и 1,0 % (УЭС выше 1000 Ом·см). Отклонение от номинальных значений комплекта ГСО УЭС монокристаллического кремния не превышает погрешности значений номиналов (2%). Установка может быть использована в исследовательских, учебных целях, для выходного и производственного контроля полупроводниковой продукции.

Для определения метрологических характеристик 4-х зондовых установок необходимо использовать комплекты стандартных образцов. В свое время специалистами ОАО «ГИРЕДМЕТ» совместно с ФГУП «УНИИМ» был разработан, утвержден тип и внесен в Госреестр комплект ГСО УЭС монокристаллического кремния (сертификат № 0037 от 15.12.2003) В ближайшее время истекут сроки годности выпущенных комплектов ГСО. Для их аттестации необходимо иметь образцовую установку. В настоящее время в РФ нет ни одной аттестованной образцовой установки для измерения УЭС и ПЭС 4-х зондовым методом. Метрологические характеристики установки ВИК-УЭС соответствуют требованиям, предъявляемым к установкам такого типа, поэтому ее можно рекомендовать для использования в лабораториях Росстандарта при организации работ по аттестации комплектов ГСО УЭС для 4-х зондовых установок.

Литература

1. Батавин В.В., Концевой Ю.А., Федорович Ю.В. Исследование параметров полупроводниковых материалов и структур. - М.: Радио и связь, 1985.
2. С. П. Кобелева. Заводская лаборатория, № 1, 2007 г., с.60.
3. МИ 2563-99 Методика поверки. Установки для измерения удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом.
4. Кобелева С.П., Холодный Л.П.-5-ая школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и наноиндустрии», 4 - 7 июня 2012 г. Черноголовка, Московская область, с. 20.



С9

РАЗРАБОТКА РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ДИАГНОСТИКИ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА НАНОРАЗМЕРНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

Ковалев Д.Ю., Пономарев В.И.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН
kovalev@ism.ac.ru

Исследование структуры и состояния наноразмерных материалов непосредственно в процессе их синтеза требует создания эффективных методов анализа, позволяющих фиксировать и адекватно интерпретировать происходящие превращения. В ИСМАН разработан метод времяразрешающей рентгенографии для исследования эволюции фазового состава и структурного состояния материалов в процессе самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. По существу метод диагностики представляет собой новое качество, получаемое за счет объединения достижений техники (быстродействующие позиционные рентгеновские детекторы со временем экспозиции от 100 мс) и научных представлений о процессах синтеза. Идея состоит в регистрации последовательности рентгенограмм с минимальной временной экспозицией от объема материала, через который проходит волна превращения, так называемого "дифракционное кино". Метод позволяет в контролируемых условиях эксперимента получать информацию об изменениях агрегатного и фазового состава материала, наличия промежуточных, метастабильных продуктов при формировании целевого продукта. Получаемое "дифракционное кино", со временем экспозиции одного кадра от 100 мс, дает картину, позволяющую анализировать механизм синтеза материала.

В результате проделанных исследовательских и опытно-конструкторских работ в ИСМАН изготовлена установка динамической рентгенографии. Установка включает в себя источник рентгеновского излучения на основе дифрактометра ДРОН-3, реакционную ячейку, выполненную на гониометрической приставке и позиционный однокоординатный рентгеновский детектор с блоком регистрации. Проведена апробация работоспособности установки при исследовании механизма синтеза наноразмерного металлического порошка Ni из прекурсора на основе его карбоната и энергетического компонента. Дифракционная картина процесса (рис.1) показала, что происходит прямое, без образования промежуточных фаз, формирование металлических наноразмерных частиц никеля. Обнаружено, что существует период времени 1-2 секунды, при котором материал находится полностью в рентгеноаморфном состоянии. Рентгенограмма сформировавшегося продукта (рис.2) свидетельствует, что в процессе синтеза формируются наноразмерные частицы никеля с дисперсностью порядка 5-10 нм.

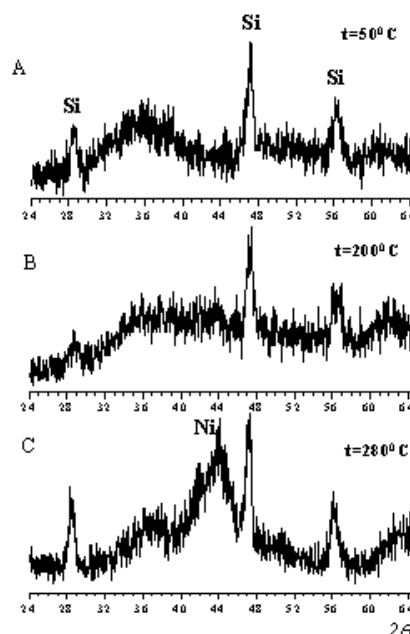
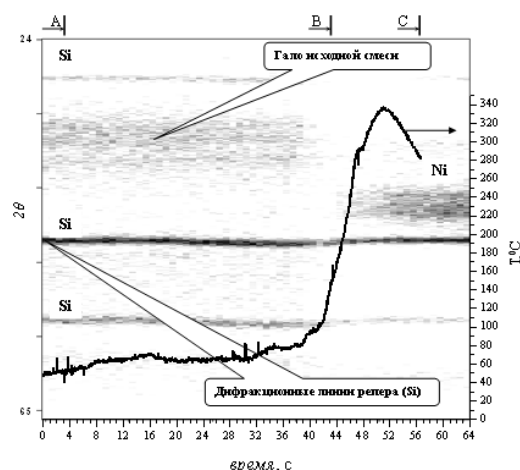


Рис.1 Дифракционная картина и термограмма синтеза наноразмерного порошка никеля. Последовательность из 64 кадров с экспозицией 1 сек.

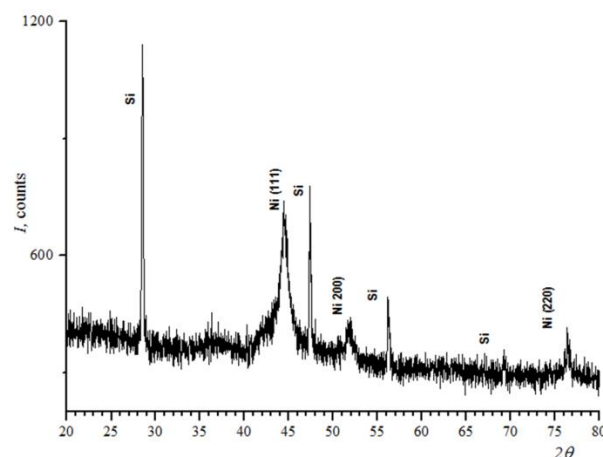


Рис.2 Рентгенограмма конечного продукта синтеза Ni нанодисперсной фазой.



C10 ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ УЛАВЛИВАНИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ АЭРОЗОЛЕЙ В ЭЛЕКТРОФИЛЬТРАХ

Кормин А.Д., Ефимов А.А.

Московский физико-технический институт
141700, Долгопрудный, Институтский переулок, 9
akormin@gmail.com

Вследствие постоянного увеличения загрязненности воздуха, вызванного ростом человеческой активности в таких областях, как автотранспорт, авиация, энергетика и тяжелая промышленность, все больше возрастают риски для здоровья людей, связанные с загрязненным воздухом. Это приводит к повышению спроса на качественные системы очистки воздуха. А в таких отраслях, как фармацевтическая и электронная промышленность, где требования к чистоте воздуха еще выше, все шире используются фильтры сверхвысокой эффективности, задерживающие и обеззараживающие, в том числе, бактерии и вирусы.

Известны несколько основных типов фильтров: пылевые, угольные (адсорбционные), электростатические, электретенные, фотокаталитические и другие. Основными характеристиками любого фильтра являются перепад давления фильтруемого потока и эффективность фильтрации.

В настоящей работе изучаются фильтрующие свойства канального фильтра (рис. 1) с объемным поляризованным НЕРА-фильтром (High Efficiency Particulate Absorption), состоящего из слоя полипропиленовых волокон.

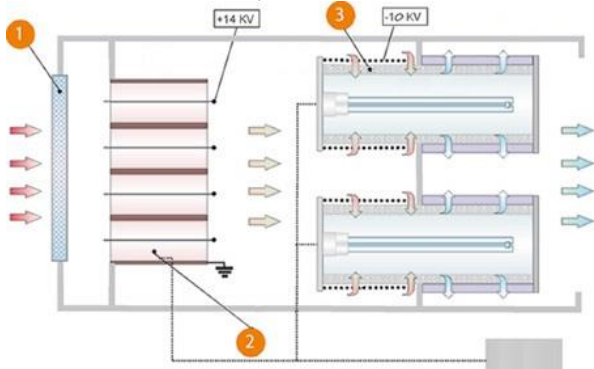


Рис. 1. Схема испытываемого фильтра (1 - пылевой фильтр грубой очистки, 2 - блок зарядки частиц аэрозолей, 3 - блок осаждения)

В таких устройствах задержка аэрозольных частиц на волокнах происходит по двум механизмам: механически и посредством электростатического взаимодействия. Первый включает в себя процессы диффузии, движения по инерции, касания и осаждения частиц под действием силы тяжести. Второй включает процессы кулоновского и поляризационного взаимодействия.

Обсуждаются эксперименты по оценке эффективности фильтрации частиц оксида титана (TiO_2), получаемых газоразрядным генератором. Поток аэрозоля с частицами проходил через зону коронного разряда системы очистки, где частицы приобретали заряд и затем попадали на фильтрующий материал. При помощи сканирующего анализатора электрической подвижности (SMPS 3936, TSI, США) измерялась концентрация частиц в потоке до фильтра и после него. Исходя из этих данных, рассчитывалась эффективность фильтрации в диапазоне размеров от 10 до 700 нм.

Исследовалась зависимость эффективности фильтрации от скорости потока аэрозоля и зарядового состояния частиц.

Таблица 1. Значения интегральной эффективности фильтрации от скорости потока и зарядового состояния

Скорость потока, см/с	Интегральная эффективность фильтрации	
	Незаряженные частицы	Заряженные частицы
1,4	89,79±0,05	99,97±0,05
1,9	88,39±0,05	99,93±0,05
2,3	87,31±0,05	99,92±0,05
3,8	84,01±0,05	99,61±0,05

Установлено, что для заряженных частиц эффективность фильтрации значительно выше, чем для незаряженных. В обоих случаях с уменьшением скорости потока аэрозоля эффективность фильтрации возрастала. Таким образом, система очистки воздуха с электрофильтром эффективно очищает воздух от мелких аэрозольных частиц нанодиапазона.

C11 ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МОНОДИСПЕРСНОГО АНСАМБЛЯ НАНОЧАСТИЦ SiO_2 НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК

Лисовский С.В., Ефимов А.А., Лизунова А.А., Уразов М.Н., Ермакова М.А., Волков И.А.

Московский физико-технический институт,
г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9
lisovstip@yandex.ru

Одной из важных задач метрологического обеспечения измерений в наноразмерном диапазоне является создание стандартных образцов (СО) размерных характеристик, позволяющих проводить контроль точности результатов измерений и оценивать пространственное разрешение электронных и зондовых микроскопов.

Цель настоящей работы состояла в разработке СО для атомно-силовых микроскопов (АСМ). Разрабатываемый СО представляет собой ансамбль монодисперсных наночастиц оксида кремния, иммобилизованных на поверхности кремниевой подложки. Процедура изготовления такого образца состоит в следующем. Коллоидный раствор SiO_2 (ГСО 10145-2012) распыляется с помощью компрессорного небулайзера потоком очищенного воздуха. Затем формируемый аэрозоль проходит ступень осушения и подается на вход аэрозольного спектрометра TSI SMPS 3936, с помощью которого выполняется концентрационно-размерная характеристика аэрозольных частиц через стадию их размерного высокоселективного фракционирования. В регистрируемом спектре распределения частиц по размерам (Рис. 1) идентифицируется два пика с максимумами в области 30 и 100 нм, которые, предположительно, соответствуют фракциям одиночных и агрегированных частиц, соответственно. Для изготовления СО используется узкая субфракция частиц, входящая в состав фракции с модальным размером ~ 30 нм. Данная субфракция формируется разделительной DMA-колонной вышеуказанного аэрозольного спектрометра при фиксированном напряжении между внешним и внутренним электродом, задающим положение максимума отбираемой субфракции. Для обеспечения максимальной производительности процесса формирования монодисперсных частиц данный максимум выбирается в точке максимума входящего полидисперсного аэрозоля одиночных частиц, т.е. при ~ 30 нм. Осаждение отбираемой субфракции частиц на кремниевую подложку



осуществляется с помощью пробоотборного устройства TSI Nanometer Aerosol Sampler 3089.

Оперативный контроль получаемых образцов выполняется методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Полученные данные (Рис. 2) свидетельствуют о том, что осажденный материал представляет собой ансамбль неагломерированных частиц SiO_2 с размером около 30 нм, что согласуется с данными аэрозольного метода. В работе также представлены результаты просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и алгоритм определения профиля острия зонда АСМ из результатов АСМ-измерений профиля частиц с высоким коэффициентом сферичности.

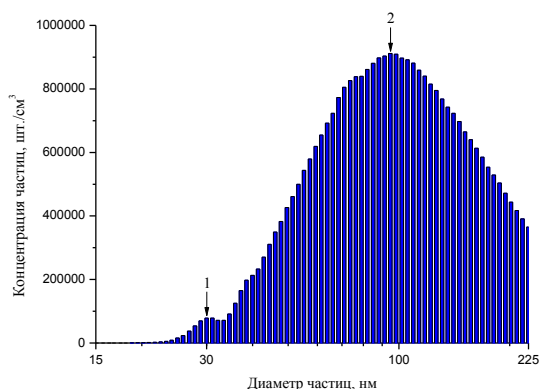


Рис. 1. Распределение концентрации частиц по размерам.

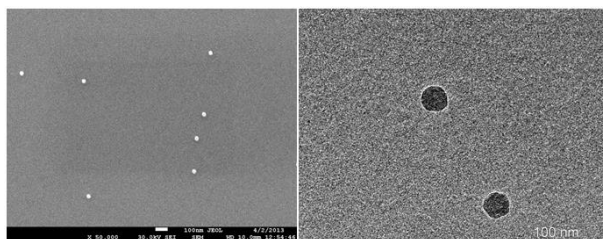


Рис. 2. РЭМ-снимок (слева) и ПЭМ-снимок (справа) осажденных частиц SiO_2 .

C12 РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ КОМПЛЕКТА МЕР «СТЕПП-ИФП-1» ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ

Матвейчук В.Ф.¹, Щеглов Д.В.², Косолюбов С.С.², Латышев А.В.³, Шувалов Г.В.¹, Евграфов В.И.¹, Копытов В.В.¹, Тукмачев К.В.¹, Загарских С.А.¹, Клековкин И.В.¹

¹ФГУП «СНИИМ», 630004, г. Новосибирск, пр. Димитрова, 4, direktor@snim.nsk.ru

²ИФП СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, д. 13

³ЦКП «Наноструктуры», 630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, д. 13

На сегодняшний день большой интерес вызывают измерения объектов размерами менее 100 нм. Для этих измерений используются различные микроскопы, в том числе сканирующие зондовые атомно-силовые (АСМ) и цифровые интерференционные микроскопы. Для обеспечения единства измерений в данном диапазоне размеров используются различные меры рельефные нанометрового диапазона. К таким мерам относятся меры

ширины и периода специальные МШПС-2.0К и меры периода и высоты линейные TGZ1, TGZ2, TGZ3. Указанные меры имеют минимальный номинальный размер по высоте рельефа 20 нм, что не позволяет осуществлять калибровку АСМ в области размеров менее 20 нм.

В этой связи в Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения РАН (ИФП СО РАН) и ЦКП «Наноструктуры» в течение ряда лет проводились разработка и исследования профиля топографических особенностей поверхности, в частности измерения высоты ступенчатых особенностей на гладких поверхностях посредством различных измеряющих профиль инструментов. Основное достоинство указанной технологии – возможность создания мер нанометрового диапазона состоящих из счетного количества равных по высоте моноатомных ступеней.

Работа по аттестации Комплектов мер высоты СТЕПП-ИФП-1 выполнялась совместно ИФП СО РАН, ЦКП «Наноструктуры» и Сибирским государственным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом метрологии (ФГУП «СНИИМ»).

Комплект представляет собой пластину кремния с шестью разными по высоте в диапазоне (0,31 – 31) нм выделенными участками (далее – мерами), как показано на рис. 1. Меры состоят из определенного числа ориентированных в направлении кристаллографической плоскости (111) моноатомных ступеней кремния одинаковой высоты. Единица длины, воспроизводимая мерой, измеряется между поверхностями свободными от моноатомных ступеней размерами не менее (1x5) мкм.

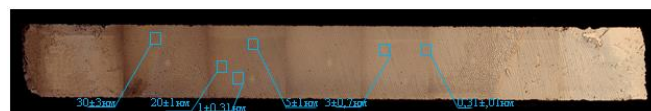


Рис. 1. Поверхность Комплекта с указанием местоположения и размеров мер

Так как метрологические характеристики Комплекта не позволяют применить при испытаниях существующие стандартные методики измерений высоты рельефа меры, поэтому ГЦИ СИ СНИИМ совместно с ИФП СО РАН была разработана специальная программа испытаний Комплекта согласно.

В ходе испытаний были подтверждены все технические характеристики, указанные в техническом задании. На основании положительных результатов был разработан комплект документации с учётом и утвержден тип средства измерений «Комплекты мер высоты СТЕПП-ИФП-1» (рис. 2).

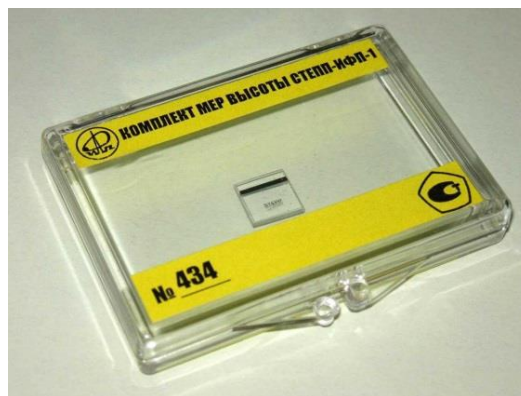


Рис. 2 - Общий вид Комплекта в футляре



Для применения комплектов в данных целях авторами были разработаны «Методика поверки (калибровки) измерений высот в диапазоне 0,31-31 нм с помощью Комплектов мер высоты СТЕПП-ИФП-1» и «Методика поверки (калибровки) измерений высот в диапазоне 0,31-31 нм с помощью Комплектов мер высоты СТЕПП-ИФП-1».

C13 ДИНАМИЧЕСКАЯ МЕРА ДЛИНЫ В ОДИН НАНОМЕТР

Мешков Г.Б.^{1,3}, Синицына О.В.^{2,3}, Яминский И.В.^{1,3}

¹ Физический факультет МГУ имени М.В.

Ломоносова,

² Химический факультет МГУ имени М.В.

Ломоносова,

³ Центр перспективных технологий,

meshkov@polly.phys.msu.ru

Высокий темп развития нанотехнологий ставит новые задачи по метрологическому обеспечению, среди которых наиболее важной является разработка меры длины в один нанометр.

В качестве такой меры предложено использовать величину изменения толщины пьезокерамической пластины с торцевыми электродами при приложении к ним определенного электрического напряжения [1]. В работе были созданы образцы меры с перемещением по вертикали в 1 нм и погрешностью перемещений по вертикали 20 %. Разработана методика поверки меры как средства измерений с помощью лазерного интерферометра и атомно-силового микроскопа (Рисунок 1).

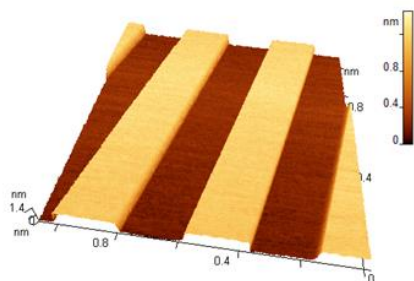


Рисунок 1. Временная топограмма перепада высот, заданного с помощью динамической меры «Нанометр».

Разработанная мера предназначена для градуировки, калибровки и поверки сканирующих зондовых микроскопов, электронных микроскопов и интерферометров. Динамическая мера длины обладает рядом преимуществ по сравнению с аналогами. Калибровка средств измерения возможна непосредственно в процессе проведения измерений. На погрешность измерений не влияет деградация, загрязнение или атомная гофрировка поверхности образца [2].

1. Д.И. Яминский, И.В. Яминский. Калибровочный эталон для профилометров и сканирующих зондовых микроскопов. Патент на изобретение № 2386989, 20.04.2010, Бюл. № 11. Заявка № 2007111324 от 10.10.2008.
2. Мешков Г., Синицына О., Яминский Д., Яминский И. Динамическая измерительная мера «Нанометр». Наноиндустрия, 6, 40-43 (2012).

C14 РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЯ ВЫСОКОЧИСТЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА РАСТВОРОВ ИОНОВ СВИНЦА И НИКЕЛЯ

Мигаль П.В.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
mig@uniim.ru

В настоящее время существует множество методов анализа химического состава веществ и материалов. Для измерений содержания металлов в научных и практических задачах, наибольшее распространение получили методы атомно-абсорбционной, атомно-эмиссионной и масс-спектрометрии ввиду очевидных преимуществ.

По мимо прочего все перечисленные методы так или иначе предполагают использование стандартных образцов (СО) состава веществ для установления градуировочной зависимости выходного сигнала соответствующих средств измерений от содержания определяемого компонента. Среди утвержденных типов СО растворов ионов металлов большую часть занимают СО выпускаемые в стеклянных ампулах с номинальной массовой концентрацией металла 1 г/дм³ и относительной погрешностью 1 %. Такие характеристики этих СО указывают на несколько проблем связанных с их применением:

- относительная погрешность измерений массовой концентрации металлов в растворах веществ и материалах не может быть лучше 1 %;
- невозможно использовать гравиметрический метод приготовления градуировочных растворов без определения плотности СО;
- для оценки стандартной неопределенности аттестованного значения СО необходимо дополнительно использовать трансформирование распределений методом Монте-Карло;
- при хранении материал стандартного образца накапливает из стекла значительные для масс-спектрометрии примеси;
- при приготовлении градуировочных растворов для масс-спектрометрии нужно делать три и более разбавлений раствора СО.

Актуальность решения обозначенных проблем обусловлена потребностью науки и промышленности в высокоточных измерениях содержания металлов в различных веществах и материалах. Одним из наиболее ярких примеров может служить производство и исследование состава высокочистых металлов и их сплавов для наноиндустрии, энергетического комплекса, микроэлектроники и аэрокосмической отрасли.

В 2013 г. силами специалистов лаборатории 251 ФГУП «УНИИМ» запланирована разработка и испытания высокочистых стандартных образцов состава растворов ионов свинца и никеля. Среди общих проблем на решение которых будет направлена текущая работа являются:

- выбор и испытания различных исходных соединений указанных металлов для производства СО;
- выбор и испытания растворителя (массовая доля основного вещества);
- выбор и испытания упаковки материала СО;
- выбор и опробование метода установления аттестованного значения СО.

Таким образом, планируется разработать образцы с низким содержанием сторонних примесей пригодные для градуировки атомно-абсорбционных, атомно-эмиссионных и масс-спектрометров с характеристиками точности (границы



относительной погрешности; расширенная неопределенность) не превышающими 0,5 % отн.

Исходя из сроков и особенностей поставленной задачи выбран метод совместных компаративных измерений [1,2] на ГВЭТ 196-1-2012. Особенностью такого подхода является низкое влияние случайной составляющей погрешности измерений (вклад в суммарную погрешность менее 15 % отн.).

Итак, при дальнейших исследованиях необходимо добиться стабильности СО не превышающей 0,2 % для обеспечения заявленных характеристик точности и выяснить влияние процедуры приготовления материала СО на качественные характеристики получаемых растворов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лисиенко Д.Г. Стандартные образцы состава растворов ионов металлов для градуировки приборов с индуктивно-связанной плазмой / Д.Г. Лисиенко, М.А. Домбровская, М.Д. Лисиенко // Стандартные образцы. – 2010 – № 3 – С. 45-55.
2. Salit M.L. Single-Element Solution Comparisons with a High-Performance Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric Method / Marc L. Salit, Gregory C. Turk, Abigail P. Lindstrom, Therese A. Butler, Charles M. Beck II, Bruce Norman // Anal. Chem. – 2001. – 73. – 4821-4829.

C15 ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА НА ПОЛНОМ ВНЕШНЕМ ОТРАЖЕНИИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА В СУСПЕНЗИИ НАНОЧАСТИЦ МАГГЕМИТА

Кулеш Н.А., Новосёлова Ю.П., Лейман Д.В., Сафронов А.П., Курляндская Г.В.

Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина
E-mail: julik013@mail.ru

Водные суспензии маггемита без электростатического стабилизатора были приготовлены на основе сферических наночастиц маггемита (γ -Fe₂O₃), полученных методом лазерного испарения в лаборатории импульсных процессов Института электрофизики УрО РАН. Для анализа структурных характеристик наночастиц использовались рентгеноструктурный анализ и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Магнитные свойства измерялись с помощью вибромагнетометра и магнетометра типа “СКВИД”.

Ансамбль наночастиц маггемита характеризовался логнормальным распределением по размерам при среднем значении диаметра 9,2 нм и дисперсии 0,368 нм. Величина удельной поверхности составляла 93 м²/г. В качестве примера на рис. 1. показана электронно-микроскопическая микрофотография наночастиц маггемита и петля магнитного гистерезиса, измеренная при комнатной температуре. Достаточно высокая удельная намагниченность полученного материала позволяет рассматривать его с точки зрения кандидата для ряда технологических и биоприложений.

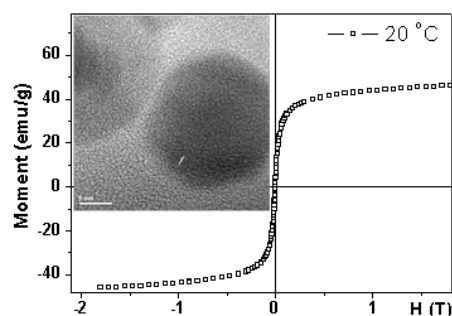


Рис. 1. ПЭМ фотография наночастиц маггемита, полученная с помощью JEOL JEM2100 микроскопа при напряжении 200 кВ и петля гистерезиса, измеренная при комнатной температуре.

Для проведения измерений концентрации железа в исследуемой суспензии нами был использован рентгенофлуоресцентный спектрометр на полном внешнем отражении Nanohunter производства компании Rigaku. Основными достоинствами используемого метода (в англоязычной литературе TXRF) являются высокая чувствительность, относительно простая пробоподготовка, высокая экспрессность получения количественных результатов и малое количество образца, требуемое для проведения анализа. Основные характеристики спектрометра Nanohunter:

- использование Cu или Mo рентгеновской трубки в качестве источника первичного пучка;
- возможность изменения угла падения первичного пучка от 0° до 2° с шагом в 0,01°;
- анализ элементов от Al до U;
- предел обнаружения большинства элементов < 10 ppb (весовых частей на миллиард);

Целью работы являлось определение предельной концентрации железа в водном растворе наночастиц маггемита, которую можно обнаружить с помощью спектрометра Nanohunter, а так же анализ изменения случайной составляющей погрешности получаемых результатов по мере понижения концентрации. Для этого нами был подготовлен ряд проб с концентрацией от 1 г/л до минимального значения, которое удалось зафиксировать с помощью прибора. Уменьшение концентрации суспензии на каждом этапе проходило путем разбавления соответствующим количеством деионизированной воды.

В результате работы была определена пороговая концентрация железа в суспензии, при этом было показано, что она в значительной степени зависит от чистоты используемой подложки. Получены зависимости среднеквадратического отклонения результата измерения от концентрации наночастиц маггемита в суспензии. Результаты работы показали, что спектрометр Nanohunter может быть успешно использован для определения содержания железа в суспензиях наночастиц в широком интервале концентраций.

Работа выполнена в рамках темы №215 Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина «Магнитодинамика наноструктурированных сред с высокой магнитной проницаемостью». Авторы выражают благодарность И.В.Бекетову и О.В. Саматову за особую поддержку данных исследований



C16 ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ДИСУЛЬФИДОВ ХРОМА-МЕДИ, ДОПИРОВАННЫХ ВАНАДИЕМ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Перегудова Н. Н., Коротаев Е. В., Соколов В. В.

Филатова И.Ю., Кучумов Б. М.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, просп. Лаврентьева 3,
pe-nat@mail.ru

$\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ является перспективным материалов для электроники будущего, благодаря особенностям кристаллического строения и наличию интересных физических свойств, таких как ионная проводимость, колоссальное магнетосопротивление, фазовый переход металл-диэлектрик. Исходной матрицей для допирования является антиферромагнитный полупроводник CuCrS_2 , имеющий слоистую электронную структуру, которая характеризуется упорядочением магнитных моментов Cr^{3+} в чередующихся тройных слоях CrS_2 и их антиферромагнитным упорядочением между слоями CrS_2 - Cu - CrS_2 .

Микроанализ образцов $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ позволяет увидеть взаимное расположение слоев и дать количественную оценку их состава. Для анализа использовались монокристаллические образцы $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ полученные из порошковых сульфидов методом кристаллизации из расплава. Кристаллизация выполнялась в парах серы в стеклоуглеродных контейнерах с использованием индукционного нагрева. Исследование проводилось на сканирующем электронном микроскопе TM 3000 фирмы Hitachi с системой микроанализаторов EDS System QUANTAX 70 фирмы Bruker.

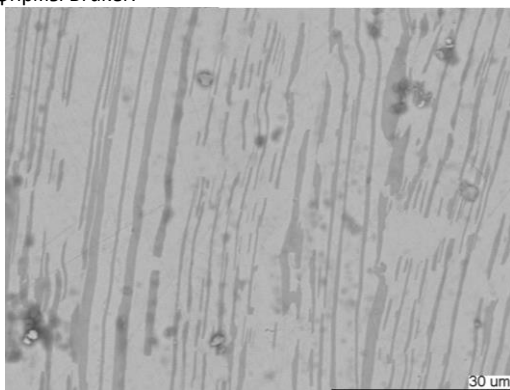


Рис. 1 $\text{CuCr}_{0.95}\text{V}_{0.05}\text{S}_2$, x2000

На рисунке 1 представлена микроструктура кристаллического образца $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$, $x=0,05$. Количественный элементный анализ позволил установить, что светлая фаза состоит преимущественно из меди, темная фаза из серы и хрома.

C17 ПЭМ ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНИДОВ МЕДИ, РАСТУЩИХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ

Селенских Я.А., Колосов В.Ю., Юровских А.С.

Уральский федеральный университет
yaroslava.selenskih@usu.ru

С развитием нанотехнологий растёт интерес к синтезу и исследованиям нитевидных и острых наноструктур. В данной работе методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) характеризуются размерные параметры и исследуются особенности морфологии и процессов образования таких структур в тонких (20-100 нм) плёнках.

Плёнки селена получали термическим напылением в вакууме на слюду с подслоем углерода и после отделения от подложки помещали на стандартные медные сеточки. В таких пленках могут формироваться различные нитевидные кристаллы, усы, разнообразной формы и размеров. В исследуемом образце условно можно выделить несколько групп объектов, имеющих качественно различные формы и варьирующиеся размеры (на рис. 1 отмечено по одному типичному кристаллу каждой группы):

1) прямые кристаллы (помечены на рисунке как S), имеют длину от 2 до 11 мкм, ширину около 0,2 мкм, имеют большую толщину, чем другие кристаллы (темнее на снимке);

2) изогнутые кристаллы (B) – изгибаются от основания, более широкие и тонкие, чем прямые, имеют размеры от 1,5 до 4 мкм, ширину от 0,2 до 1,5 мкм, радиус изгиба от 0,4 (на кончике) до 3,3 мкм;

3) «крючки» (H) – кристаллы, растущие от основания прямо, но на кончике загибающиеся в форме булавочной головки. Размеры варьируются от 2 до 8 мкм, ширина прямой части около 0,2 мкм, изогнутой – 0,4...0,5 мкм, радиус изгиба 0,26...1,70 мкм. Также можно выделить: изогнутые кристаллы (F) с радиусами кривизны разного знака, имеющие размер 1,5...2,5 мкм, малые вторичные кристаллиты (O) до 2 мкм размером, пучки игловидных кристаллов (N), максимальная длина которых также достигает 2 мкм.

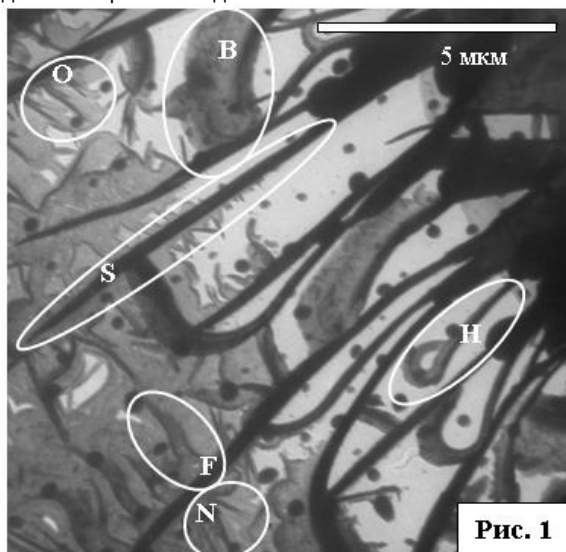
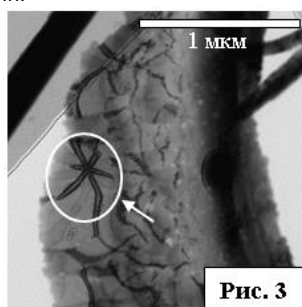
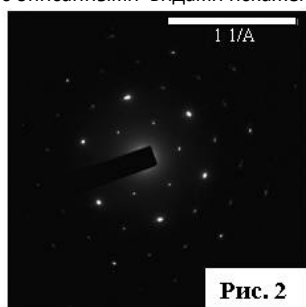


Рис. 1

Первичное образование нитевидных кристаллов обнаружено в областях, где селеновая пленка соприкасается с медной сеточкой, следовательно, их рост происходит в результате химического взаимодействия, сопровождаемого диффузией. Расшифровка некоторых микроэлектроннограмм (рис. 2) выявляет различные фазы селенида меди. Для ПЭМ изображений нанотонких (20-100 нм) нитевидных кристаллов



характерно наличие изгибных экстинкционных контуров (рис. 3), свидетельствующих о существенном внутреннем искривлении кристаллической решётки (не связанного с изгибом кристалла как целого). Это необычное явление свойственно росту кристаллов в аморфных плёнках [1]. Нитевидные кристаллы, имеющие форму «крючка», в обнаружены впервые, поэтому в дальнейшем представляют интерес более детальные исследования состава, строения и особенностей процесса образования нитевидных кристаллов с описанными видами искажений.



[1] V Y Kolosov and A R Thölen, Acta Mat. 48, (2000) 1829.
Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ.

C18 ИССЛЕДОВАНИЕ ДОЛГОВРЕМЕННОЙ СТАБИЛЬНОСТИ СУСПЕНЗИЙ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, ЦИНКА, КРЕМНИЯ И ТИТАНА

Д.А. Сиводедов, А.А. Ефимов, А.А. Лизунова

Московский физико-технический институт, 141700,
г. Долгопрудный, Институтский пер., д. 9,
intetm@gmail.com

Наноматериалы оксидов алюминия, титана, кремния и цинка являются одними из широко применяемых материалов, в том числе в виде водных суспензий, в этой связи возникает необходимость создания агрегативно и седиментационно устойчивых суспензий и изучение факторов, влияющих на устойчивость. В данной работе описаны эксперименты по исследованию стабильности суспензий наночастиц методом динамического рассеяния света.

Исходные суспензии наночастиц с концентрацией дисперсной фазы около 1-3 г/л готовились из порошка, полученного методом лазерного испарения (ЛИ) [1]. Крупные агломераты отделялись в высокоскоростной центрифуге. Дополнительно суспензия обрабатывалась ультразвуком для разрушения агломератов. Средний гидродинамический размер частиц и дзета-потенциал суспензий измерялся на анализаторе Malvern Zetasizer Nano ZS. Устойчивость суспензий к агломерации сильно зависит от дзета-потенциала частиц, определяемого многими параметрами среды, в том числе и pH. Для повышения модуля дзета-потенциала добавлялся стабилизатор (цитрат натрия для Al_2O_3 и TiO_2 , Dextran для ZnO). Модуль дзета-потенциала для Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 был больше 30 мВ, а для ZnO больше 25 мВ, что обеспечивало стабильность суспензий [2]. Стабильность суспензий исследовалась экспериментально в течение 180 суток. Для всех суспензий размер частиц в течение исследуемого периода менялся не значительно и составлял 40 нм для ZnO, 69 нм для Al_2O_3 , 27 нм для SiO_2 , 46 нм для TiO_2 (рис 1). Дзета-потенциал суспензий также оставался

постоянным и составлял 23 мВ для ZnO, 37 мВ для Al_2O_3 , 43 мВ для SiO_2 , 35 мВ для TiO_2 (рис 2).

Таким образом, экспериментально проверена устойчивость суспензии путем измерения среднего гидродинамического диаметра в течение 180 суток. Увеличения наблюдаемых размеров частиц не происходило, что свидетельствует о стабильности разработанных суспензий.

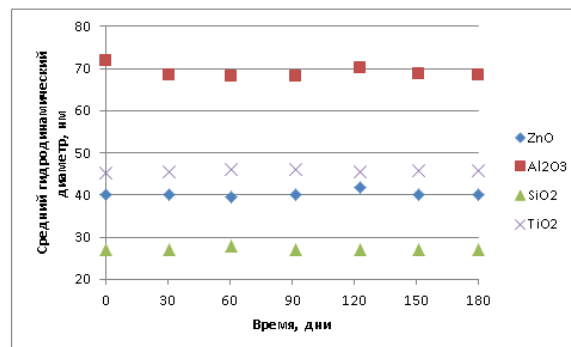


Рис.1 Зависимость среднего гидродинамического диаметра от времени хранения

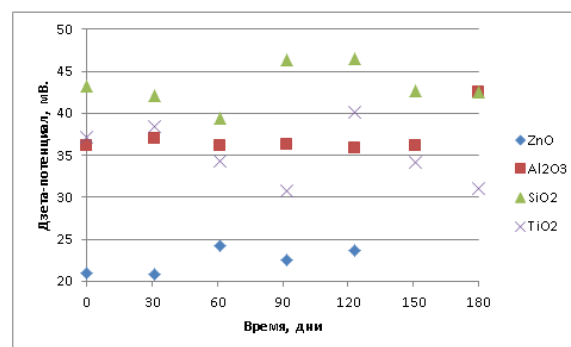


Рис.2 Зависимость дзета-потенциала от времени хранения

1. Ю.А. Котов и др., Исследование характеристик оксидных нанопорошков, получаемых при испарении мишени импульсно-периодическим CO_2 лазером, Журнал технической физики 2002, том 72, вып. 11
2. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. М.: Химия. 1988.



C19 ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКАЯ ЭКСПРЕСС-МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЛЩИНЫ И ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ НАНОСТРУКТУР В ПРОЦЕССЕ ИХ РОСТА.

И.А. Тарасов¹, Н.Н. Косырев¹, С.Н. Варнаков^{1,2}, С.Г. Овчинников¹,
С.М. Жарков¹, В.А. Швец³

¹Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, 660036, Красноярск, Россия

²Сибирский государственный аэрокосмический университет им. академика М.Ф. Решетнева, 660014, Красноярск, Россия

³Институт физики полупроводников СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия
Email: tia@iph.krasn.ru

При создании тонкоплёночных структур существует необходимость контроля толщины отдельных слоёв структуры в процессе формирования, т.к. выбранные посредством предварительных калибровок технологические параметры роста могут значительно изменяться в процессе эксперимента.

Для контроля роста плёнок в данной работе мы предлагаем использовать метод эллипсометрии, позволяющий практически непрерывно получать информацию о процессах, происходящих на поверхности образца *in situ*, не оказывая влияния на растущую структуру. Путём решения обратной задачи эллипсометрии можно находить неизвестные параметры системы, связанные с экспериментально определяемыми эллипсометрическими углами ψ и Δ следующим уравнением:

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \operatorname{tg} \psi e^{i\Delta},$$

где R_p , R_s - комплексные коэффициенты отражения, ρ - комплексный эллипсометрический параметр.

В предлагаемой работе был реализован метод использующий алгоритмы, позволяющие в реальном времени оценивать с заданной точностью толщину d , показатели преломления n и поглощения k плёнки для каждой пары значений экспериментально полученных ψ и Δ , с характерным временем измерений и вычислений – 0,2 сек.

Для проверки разработанных алгоритмов был проведен численный эксперимент, где был смоделирован рост пленки с изменяющимися оптическими параметрами. Зависимости показателей преломления и поглощения от толщины модельной структуры в процессе ее «роста» задавались в произвольной форме. Затем решалась прямая задача и рассчитывались зависимости эллипсометрических параметров ψ и Δ от времени «роста». Далее с помощью предложенного метода были восстановлены профили n и k и зависимость толщины пленки от времени «роста». После анализа полученных данных оказалось, что при использовании разработанного алгоритма ошибка определения толщины не превышает нескольких процентов. Восстановленные профили показателей преломления и поглощения только качественно отражают зависимость исходных профилей по толщине. Однако, использование такого алгоритма с простой оптической моделью, позволяющего в реальном времени оценивать с заданной точностью толщину и оптические постоянные синтезируемой плёнки достаточно для предварительной интерпретации экспериментальных данных непосредственно в процессе роста.

Экспериментальная апробация данной методики определения оптических параметров и толщины была выполнена на серии тонкоплёночных структур Fe/SiO_2 на подложках монокристаллического кремния $Si(100)$ с различными толщинами диоксида кремния и железа. Напыление пленок железа осуществлялось методом термического испарения в сверхвысоковакуумной камере комплекса «Ангара», при комнатной температуре подложки. Эллипсометрические измерения проводились с помощью лазерного эллипсометра ЛЭФ-751М.

Расчет проводился с использованием двухслойной модели, где первым слоем является диоксид кремния SiO_2 , толщина которого рассчитывалась по эллипсометрическим данным, полученным до начала напыления, с использованием известных из литературы данных для диоксида кремния $n_{SiO_2}=1.456$, $k_{SiO_2}=0$. Второй слой – формируемая пленка железа, для которой велся расчет параметров d_{Fe} , n_{Fe} , k_{Fe} . Показатели преломления и поглощения подложки кремния $Si(100)$ составляли соответственно $n_{Si}=3.865$ и $k_{Si}=0.023$.

Результаты расчета толщины плёнок по предложенной методике для образцов $Fe/SiO_2/Si(100)$ хорошо согласуются с данными РСФА, относительная погрешность не превышает 3 %. Для подтверждения данных, полученных методом РСФА, проведены электронно-микроскопические исследования поперечного среза одного из образцов. Полученное значение толщины, в пределах ошибки измерений, также совпадает с данными полученными с использованием данного метода.

Расчетные величины оптических констант сформированных плёнок Fe в среднем имеют значения $n_{Fe}=2.82$, $k_{Fe}=2.86$ и отличаются не более чем на 2 % от показателей преломления и поглощения для объемного Fe , полученных другими авторами.

C20 ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТИ

Тюрнина А.Е.¹, Шур В.Я.², Козин Р.В.², Кузнецов Д.К.², Мингалиев Е.А.²

¹ФГУП "Уральский научно-исследовательский институт метрологии"

²УЦКП ИЕН "Современные нанотехнологии" УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
anastasiya.uniim@mail.ru

В последнее десятилетие наблюдается повышенный интерес в фундаментальных и прикладных областях науки, связанный с синтезом наночастиц серебра, изучением их свойств и их практическим применением. Фундаментальные исследования показали, что наночастицы серебра обладают уникальными оптическими свойствами, высокоразвитой поверхностью, каталитической активностью, а также ярко выраженными антибактериальными свойствами [1,2].

Среди физических методов получения наночастиц серебра наиболее эффективна лазерная абляция металлов. Данный метод позволяет создавать стабильные коллоидные растворы без ПАВ на основе заряженных наночастиц серебра [1]. Абляция дает возможность синтезировать наночастицы различного размера за счет изменения параметров лазерного излучения.

Для синтеза наночастиц серебра использовалась лазерная система для обработки материалов Fmark-20 RL (ЦЛТ, Россия) на основе иттербиевого импульсного волоконного лазера (длительность импульсов 100 нс, частота



следования импульсов 21 кГц, длина волны 1064 нм). В стеклянную кювету с деионизованной водой помещалась мишень – пластина серебра чистотой 99.99%. Толщина слоя жидкости над поверхностью мишени составляла несколько мм. Плотность энергии лазерного излучения на поверхности мишени при диаметре пятна 40 мкм составляла 80 Дж/см². Поверхность мишени перед началом синтеза подготавливалась многократным сканированием лазерным лучом. Концентрирование раствора путем частичной сушки проходило без заметной агрегации наночастиц. Величина дзета-потенциала раствора после сушки достигала - 30 мВ.

Измерение размеров наночастиц проводилось с помощью анализатора Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments Ltd., Великобритания) методом динамического рассеяния света (ДРС) при угле рассеяния 173°. Было обнаружено бимодальное распределение интенсивности рассеяния с максимумами около 80 и 13 нм и мономодальное распределение по числу частиц с максимумом около 6-9 нм.

При измерении размеров с помощью рабочей станции AURIGA CrossBeam (Carl Zeiss, Germany) методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) не было зафиксировано наличия наночастиц с диаметром менее 10 нм (Рис. 1а,б), что указывало на ошибочность распределения по числу частиц, полученного методом ДРС. Корреляционная функция, измеренная для угла рассеяния 12,8° имела две релаксационные моды, что соответствовало вращательной и поступательной броуновской диффузии наночастиц серебра с осевым отношением не более 1.1 [3].

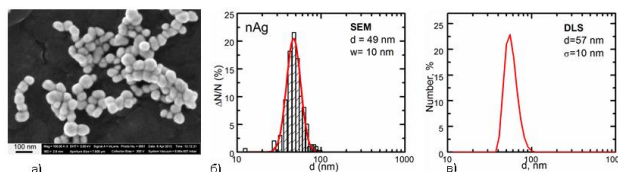


Рисунок 1 – а) Визуализация наночастиц серебра методом СЭМ; функции распределения размеров наночастиц серебра, измеренных методами: а) СЭМ и б) ДРС (распределение по числу частиц).

Для удаления ложного пика, вызванного влиянием вращательной диффузии, применялась отсечка минимального размера, исходя из данных СЭМ. Как показано на рисунке 1 (в) положение максимума распределения по числу частиц, полученного после отсечки минимального размера, хорошо согласуется с размером наночастиц серебра, полученным путем анализа большого количества СЭМ-изображений.

Литература

- [1] А. Pyatenko. *Silver nanoparticles: collection of articles* / Ed.by D. Pozo-Perez. In-teh, Croatia (2010) 121.
- [2] P.V. Kamat, *J. Phys. Chem. B* **106** (2002) 7729.
- [3] Б.Н. Хлебцов, Н.Г.Хлебцов, *Коллоидный журнал* **73** (2011) 105.

C21 ПРОБЛЕМЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГЕТЕРОСТРУКТУР В МЕТРОЛОГИИ.

О.В.Уваров¹, А.Л.Васильев^{2,3}, В.В.Роддатис², И.Н.Трунькин²

¹Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН.

²НИЦ «Курчатовский институт»

³Институт кристаллографии им.А.В.Шубникова РАН

Образцы поперечных срезов гетероструктур используются в качестве тестовых образцов для калибровки просвечивающих электронных микроскопов (ПЭМ). Один из наиболее известных образцов, представленных на мировом рынке – поперечный срез гетероструктуры на основе слоев Si/ Si_{0.81}Ge_{0.19} Mag*1*Cal TEM Calibration Sample (Norro Scientific Ltd., Канада). В этом образце четыре пакета по пять слоев Si_{0.81}Ge_{0.19} в матрице Si, толщиной от 9.6 нм до 11.4 нм с расстоянием между слоями от 10.7 до 14.0 нм образуют гетероструктуру толщиной 5.21 мкм. Это гетероструктура предлагается для использования в широком диапазоне увеличений, начиная от x10000 до x10⁶. При больших увеличениях возможно получение изображений с высоким разрешением (прямым разрешением), которое дает возможность калибровки прибора с использованием кристаллической решетки Si как стандарта. Однако, при формировании подобных гетероструктур, возможно проявление ряда эффектов, которые могут осложнить их применение. Нами были проведены исследования нескольких типов гетероструктур с применением ПЭМ и просвечивающих/растровых электронных микроскопов (ПЭМ/ПРЭМ) ТИТАН 80-300 (FEI, США) с корректором сферической аберрации пробы (Cs_корректор) и Zeiss Libra 200 FE HR (Zeiss, Германия) в различных режимах, включая использование высокоуглового кольцевого темнопольного детектора (ВУКТПД) – режим Z-контраста, при ускоряющих напряжениях 300 и 200 кВ, соответственно. Оказалось, что при формировании гетероструктур на основе Ge/Si возможно фазовое перемешивание слоев и интердиффузия Ge в Si и наоборот. Этот процесс происходит даже при низких температурах формирования гетероструктур в 300-400 °С, где перемешивание отмечено на толщину 2-3 монослоя с каждой стороны слоя Ge_xSi_{1-x}. (Монослой соответствует плоскостям (004) Si или (Ge_xSi_{1-x}) с межплоскостным расстоянием d=0.135 нм.) Перемешивание происходит из-за напряжений на границах раздела, которые возникают из-за несоответствия параметров кристаллических решеток. При этом напряжения на границах раздела при перемешивании уменьшаются. Этот эффект приводит к расплыванию границ раздела и уширению слоев Ge_xSi_{1-x}. Более того, аккуратные исследования в режиме ПРЭМ показали, что при исследованиях гетероструктур в режимах ПРЭМ при использовании пучка с высокой плотностью тока, получаемого от источника с полевой термоэмиссией (катод Шоттки), под действием электронного облучения происходит диффузия атомов Ge. Пользуясь методом регистрации Z-контраста, нам удалось наблюдать перемещения отдельных атомов Ge на границах раздела Si/Ge. Безусловно, при многократном использовании стандартов на основе гетероструктур Ge_xSi_{1-x} /Si возможны и более сильные изменения толщин слоев из-за диффузии. Известно, что рост слоев сплава Ge_xSi_{1-x} происходит по механизму послойного роста Франка-Ван дер Мерве -ФВдМ, если толщина слоя не превышает определенную толщину h_c [1]. При увеличении толщины слоя Ge_xSi_{1-x} d> h_c механизм роста меняется на смешанный – послойно-островковый (Странского.Крастанова - СК). При таком формировании слоев гетероструктуры происходит не только образование дефектов, а именно дислокаций несоответствия, дефектов



упаковки и микродвойников, но и формируется поверхностный рельеф, который может привести к появлению инвертированных пирамид в слоях $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$. Исследование слоев $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ с необычной морфологией возможно с применением ПРЭМ методик. Результаты этих исследований будут представлены в докладе. Кроме использования гетероструктур для метрологии размерных параметров, существует потребность в аккуратной калибровке систем микроанализа – энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭДРМА) и спектроскопии потерь энергии электронов (СПЭЭ.) Для этих целей также возможно использование гетероструктур. Однако, в силу возможной внутренней флуоресценции в $\text{Si}(\text{Li})$ или $\text{Ge}(\text{Li})$ детекторах рентгеновского излучения, применение образцов на основе Si-Ge нежелательно. Для этих целей могут подойти гетероструктуры на основе GaAs , InGaAs , InP и AlN-GaN . Современные методы формирования таких гетероструктур дают возможность формирования бездефектных слоев с заданными параметрами и атомно гладкими границами раздела методом МЛЭ по механизму ФВДМ. Разница в атомных номерах элементов позволяет с помощью получения Z-контраста идентифицировать слои в гетероструктуре, и одновременно калибровать с высокой точностью системы микроанализа. В докладе будут представлены примеры таких гетероструктур и показаны возможности их исследования методами ЭДРМА и СПЭЭ.

[1]. E. Kasper and D.J. Paul: Silicon Quantum Integrated Circuits. Springer, 2005.

C22 ИЗМЕРЕНИЕ ВЯЗКОСТИ НАНОМЕТРОВЫХ СЛОЕВ ЖИДКОСТИ ПРИ ПОМОЩИ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА И КАМЕРТОННОГО ДАТЧИКА

Худолей А.Л., Чижик С.А., Чикунев В.В.

Институт тепло- и массообмена им. А.В.Лыкова
НАН Беларуси, Минск, Беларусь
khudoley@hmti.ac.by

Вязкость является комплексным параметром, характеризующим тип и свойства жидкости. Решение практических задач в области фармакологии, клеточной инженерии, микросистемной техники, микро- и нанотрибологии диктует необходимость выполнения измерений для очень малого количества вещества, например, представленного лишь в виде тонкой пленки жидкости на твердом основании. Для моделирования и выполнения сложных теоретических расчетов также необходимы экспериментальные данные об изменении вязкости по высоте тонкого слоя жидкости, в том числе для различных температур. Все это требует создания техники, способной определять вязкость нанометровых слоев жидкости.

В работе предложено измерять параметры вязкости тонких слоев жидкости с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) с использованием камертонного датчика (рисунок). АСМ пьезосканер служит для прецизионного позиционирования образца и для точного задания толщины измеряемого слоя. Посредством пьезоэлектрического камертонного датчика (ПКД) выполняют регистрацию амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) пробного тела (ПТ). Параметры вязкости рассчитываются по известным зависимостям для датчиков вибрационного типа на основании экспериментальных данных АЧХ. ПТ может быть выполнено в виде термопары, при этом такое

конструктивное сочетание обеспечивает одновременное измерение вязкости и температуры в одной точке.

Все измерения выполняются в автоматическом режиме. Алгоритм работы системы включает три стадии: а) погружение ПТ в слой жидкости; б) нахождение точки контакта ПТ с основанием и в) регистрация АЧХ на отводе ПТ от основания. Оператор может задавать скорость сдвига, время, температуру и толщины слоев.

Для выполнения измерений на предметный столик АСМ устанавливают образец, а ПКД закрепляют в специальном держателе АСМ. Камертон колеблется стандартным генератором АСМ, который обычно применяется для динамического режима АСМ. Сближение ПКД и образца осуществляют шаговым двигателем АСМ. Критерием нахождения точки контакта ПТ и основания является падение амплитуды колебаний ПКД. Система управления различает контакт ПТ с поверхностью тонкого слоя жидкости и контакт ПТ с поверхностью основания, на котором расположен слой жидкости. После достижения поверхности основания ПТ, ПКД отводят от основания на заданную величину (толщина слоя) АСМ пьезосканером и производят измерения АЧХ. При этом толщина слоя жидкости задается с высокой точностью – 0,1 нм, что дает возможность фактического проведения измерений вязкости для нанометровых слоев жидкости и послойного анализа свойств тонкой пленки. Диапазон толщин измеряемых слоев ограничивается лишь ходом движения пьезосканера АСМ по z.

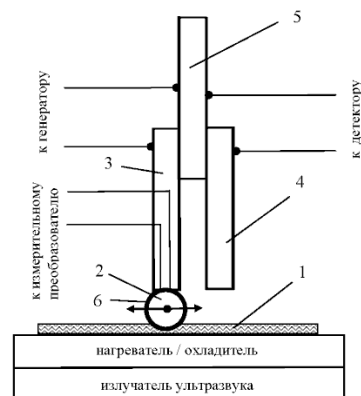


Рисунок. Общая схема измерения вязкости тонкого слоя жидкости: 1 – слой жидкости; 2 – пробное тело; 3 – левое плечо камертона; 4 – правое плечо камертона; 5 – держатель камертона; 6 – покрытие пробного тела

Для реализации функции вязкометрии на атомно-силовом микроскопе AFM NT-206 (Беларусь) разработано программное обеспечение, которое интегрировано в программу сканирования SurfaceScan v.210. Алгоритм измерения вязкости реализован без изменения принципиальной электрической схемы блока управления АСМ.

Предложенный метод и оборудование позволяет варьировать различными параметрами: шероховатостью и текстурой поверхности основания и/или пробного тела; само пробное тело может быть выполнено в виде шара, цилиндра, конуса, клина или пластины; поверхности основания и пробного тела могут быть модифицированы или покрыты, например гидрофобными или гидрофильными материалами, измерения могут быть проведены на воздухе, при повышенном или пониженном давлении; предусмотрена возможность изменения температуры жидкости; возможно наложение электрического или магнитного полей, а также ультразвуковых колебаний при выполнении измерений ньютоновских и неньютоновских жидкостей.



C23 ОПЫТ РАБОТЫ ЦЕНТРА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ В СИБИРСКОМ ФЕДЕРАЛЬНОМ ОКРУГЕ

Шувалов Г.В.¹, Матвейчук В.Ф.¹, Сероштан В.Н.³,
Евграфов В.И.¹, Клековкин И.В.¹, Щеглов Д.В.²,
Косолюбов С.С.², Латышев А.В.², Загарских С.А.¹,
Ильин А.П.⁴, Бабкина О.В.⁵, М.М.Чухланцева⁶,
Л.В.Артюхина⁶, А.Н.Николенко⁷

¹ФГУП «СНИИМ», 630004, г. Новосибирск, пр.
Дмитрова, 4,

²ИФП СО РАН, 630090, г. Новосибирск, пр.
Академика Лаврентьева, д. 13

³КТИ НП СО РАН, 630058, г. Новосибирск, ул.
Русская, 41

⁴ТПУ, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30

⁵ТГУ, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36

⁶ФБУ ТЦСМ, 634012, г. Томск, г. Томск, ул.
Косарева, д. 17а

⁷ИЯФ СО РАН, 630090, г. Новосибирск, просп.
Академика М.А. Лаврентьева, 11.

Центр метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии в Сибирском федеральном округе был создан в 2009 году на базе ФГУП «СНИИМ» и ряда учреждений Сибирского отделения РАН и Росстандарта. Основной целью Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии является обеспечения единства измерений (включая информационно-техническое) на предприятиях нанотехнологической сети в регионе.

Одно из направлений Центра - метрологическое обеспечение разработки и применения новых материалов для топливно-энергетического комплекса, которое связано с использованием наноматериалов, в том числе, нанопорошков металлов.

В этой связи в рамках Центра были выполнены работы по созданию метрологического комплекса для обеспечения единства измерений термодинамических свойств нанопорошков металлов. В результате проведенных экспериментальных работ было создано метрологическое обеспечение измерений термодинамических параметров нанопорошков металлов в виде:

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

Другой значимой работой в рамках Центра являлась работа по аттестации линейных мер нанометрового диапазона, разработанных в Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН и ЦКП «Наноструктуры».

Мера представляет собой пластину кремния с шестью разными по высоте в диапазоне (0,31 – 31) нм выделенными участками различной высоты (одиночными мерами) и состоит из определенного числа ориентированных в направлении кристаллографической плоскости (111) моноатомных ступеней кремния. Единица длины, воспроизводимая мерой, измеряется между поверхностями свободными от моноатомных ступеней размерами не менее (1х5) мкм.

В ходе испытаний в целях утверждения типа были подтверждены все технические характеристики мер. На основании положительных результатов был утвержден тип средства измерений «Комплекты мер высоты СТЕПП-ИФП-1», позволяющий передавать размер единицы длины в диапазоне высот от 0,31 до 31 нм. Для применения мер были разработаны «Методика поверки (калибровки) измерений высот в диапазоне 0,31-31 нм с помощью Комплектов мер высоты СТЕПП-ИФП-1».

Для изучения потребности в метрологическом обеспечении Центром были проведены работы по уточнению специализации предприятий, работающих в области нанотехнологий по Томской области и их измерительных потребностей. Было выявлено, что среди опрошенных предприятий около 40 % не имеют необходимой приборно-инструментальной базы для полноценной работы в своей области, например, отсутствует необходимое оборудование для определения дзета-потенциала наноматериалов и функции распределения наночастиц по размерам. Более 30 % опрошенных предприятий заявили об отсутствии нормативно-методической базы для ряда измерительных задач, связанных с определением фазового и элементного состава наноразмерных выделений и наноразмерных слоев.

В связи с вышесказанным, мониторинг только Томской области показал, что имеется достаточное количество измерительных задач, которые следует решать в рамках Центра.

Таким образом, создание и практическая деятельность Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии в Сибирском федеральном округе показало высокую эффективность такой организационной формы развития инфраструктуры нанотехнологий при решении задач метрологического обеспечения нанотехнологий.

C24 БЕСКОНТАКТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ НАНОКОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Анфимов И.М.¹, Кобелева С.П.², Малинкович М.Д.²,
Щемеров И.В.¹, Механошин Е.В.²

¹НИТУ "МИСиС" (Москва), Россия, ООО "РИИС"

(Москва), Россия

²НИТУ "МИСиС", kob@misiss.ru

Кремний-углеродные пленки со структурой наноконкомпозитов (КУП НК) представляют собой новый, широкий и постоянно растущий класс материалов со свойствами, изменяющимися в широких пределах [1]. Удельное (УЭС) или поверхностное (ПЭС) электросопротивление таких пленок является одной из важнейших потребительских характеристик. Бесконтактные методы являются неразрушающими, не требуют создания омических контактов, что определяет их востребованность в полупроводниковой метрологии. Для измерения ЭС наиболее распространен метод вихревых токов. Однако метод применим в основном к объемным материалам с УЭС до 100 Ом*см. Наноконкомпозитные пленки с толщинами от единиц микрон таким методом измерить не представляется возможным.

В данной работе для измерения ЭС пленок проводящих наноконкомпозитов микронной толщины использовали СВЧ метод, основанный на поглощении СВЧ волны свободными носителями зарядов (ЧЗ). В [2] предложена схема



высокочувствительного СВЧ детектора для регистрации спада фотопроводимости, который позволяет использовать его для регистрации не только импульсов неравновесных носителей заряда, но и термодинамически равновесной концентрации СНЗ. На его базе создан прибор для измерения ПЭС проводящих нанокомпозитных пленок БКИ-УЭС. Калибровку установок проводили по образцам КУП НК, поверхностное сопротивление которых предварительно измеряли четырехзондовым методом. Образцы КУП НК толщиной 1 мкм на ситалле с включениями наночастиц вольфрама были изготовлены по методике [1]. Метод требует проведения калибровочных измерений. Расчеты могут быть проведены как для значений УЭС, так и ПЭС в зависимости от выбранных образцов для калибровки. Для определения пределов чувствительности и случайной погрешности измерений были проведены калибровочные измерения поверхностного электросопротивления (ПЭС) образцов в интервале ПЭС 50 – 16000 Ом (величину ПЭС определяли четырехзондовым методом). Результаты калибровочных измерений представлены на рисунке.

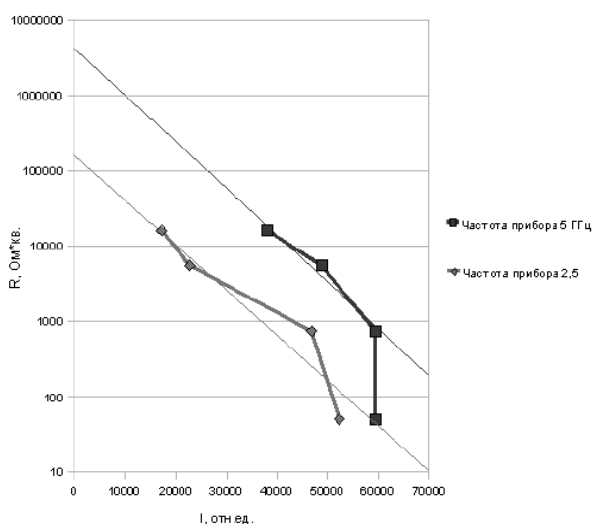


Рис.1. Калибровочные кривые КУП НК для двух значений частоты СВЧ излучения

При увеличении частоты СВЧ излучения чувствительность прибора падает для низкоомных (менее 500 Ом) материалов, но растёт для высокоомных. Экстраполяция калибровочной кривой на нижний предел измеряемого сигнала указывает на возможность измерения КУП НК с величиной ПЭС более МОм. Наибольшую чувствительность при данной толщине слоя установка имеет при значениях ПЭС выше 1000 Ом.

Литература

1. Малинкович М.А., Пархоменко Ю.Н., Скрылева Е.А., Шупегин М.Л. Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники. 2005, №3, с. 12.
2. Горюнов Н.Н., Кобелева С.П., Чарыков Н.А., Лукашов Н.В., Слесарев В.Н. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2004г., № 5 Т. 70, стр.27.

C25 СОЗДАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ НА ОСНОВЕ МЕЗОПОРИСТЫХ МЕЗОФАЗНЫХ СИЛИКАТОВ И РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИХ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Мельгунов М.С., Яковлева Е.Ю., Демидов М.Б., Слюдкина Н.С.

Закрытое акционерное общество «КАТАКОН»
630090, г. Новосибирск, ул. Инженерная, 16
Общество с ограниченной ответственностью
«Центр Компетенции «Катализаторы для
энергоэффективных технологий»
630090, Новосибирск, просп. Акад. Лаврентьева 5
yakovi@catalysis.ru

Гранулированные стандартные образцы текстурных характеристик (СО ТХ) предназначены для метрологического обеспечения приборов и методик выполнения измерений удельной поверхности в диапазоне от 200 до 1000 м²/г и среднего размера пор от 2 до 15 нм.

В настоящее время в Государственном реестре стандартных образцов зарегистрированы:

ГСО 7912-2001, стандартный образец удельной поверхности дисперсного пористого материала с аттестованным значением удельной поверхности 165 м²/г с погрешностью ±3 м²/г. Разработчик и производитель: ИК СО РАН, РФ, г. Новосибирск. Удельная поверхность этого материала не высока и, кроме того, он не позволяет проводить аттестацию по размерам пор, поскольку поры в нём имеют достаточно широкое распределение по размерам и непостоянную, неопределённую форму;

ГСО 9445-2009, стандартный образец удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор цеолита (CRM ERM FD-107/BAM-PM 107). Аттестованные значения удельной поверхности (по Лэнгмюру) от 600,0 м²/г до 620,0 м²/г с погрешностью 14,5 м²/г; удельного объема пор от 0,200 см³/г до 0,300 см³/г с погрешностью 0,005 см³/г; среднего диаметра пор от 0,80 нм до 0,90 нм с погрешностью 0,05 нм. Разработчик и производитель: BAM, Германия. Импортирует ФГУП «УНИИМ», РФ, г. Екатеринбург. Материал ГСО 9445-2009, представляющий собой гранулированный цеолит со структурой фажазита, не даёт воспроизводимых результатов при использовании динамического метода измерения адсорбции. Содержащиеся в потоке газовой смеси пары воды, адсорбируясь в микропорах, существенно и неконтролируемо снижают адсорбционные свойства этого материала;

ГСО 9735-2010, стандартный образец сорбционных характеристик наноструктурированного оксида алюминия АСХ-1-2 с удельной площадью поверхности (319,3±3,8) м²/г и преобладающим размером пор (14,01±0,34) нм. Разработчик: Ассоциация «Аспект», РФ, г. Москва. **Производство отсутствует.** Как и в ГСО 7912-2001 поры в этом материале имеют достаточно широкое распределение по размерам и непостоянную, неопределённую форму.

В связи с указанными недостатками актуальна разработка СО ТХ с удельной поверхностью в диапазоне 200–1000 м²/г и размером мезопор, имеющих контролируемую и простую (цилиндрическую) морфологию, в диапазоне 4–12 нм.

В данном сообщении приведены результаты исследований по синтезу и характеристике новых СО ТХ на основе мезопористых мезофазных материалов (МММ), удовлетворяющих перечисленным характеристикам. Эти СО ТХ получают гранулированием порошков МММ в присутствии



неполярного растворителя и полиакрилатного клея методом экстракции в виде черенков.

Метрологические характеристики СО ТХ устанавливали по методике выполнения измерений в одной лаборатории. При выполнении измерений текстурных характеристик и оценке суммарной неопределенности измерений использовали в качестве опорного значения - аттестованное значение ГСО 9735-2010 и ГСО 7912-2001. Измерения проводили на анализаторе удельной поверхности «СОРБОМЕТР-М» с использованием тепловой десорбции адсорбата (азота, температура адсорбции 77К) материалов в потоке.

Методика измерения удельной поверхности основана на анализе изотерм адсорбции азота при 77 К в диапазоне парциальных давлений $0.05 < P/P_0 < 0.3$. Удельную поверхность рассчитывали методом БЭТ.

Методика вычисления размера пор основана на анализе распределения пор по размерам, рассчитываемого методом Баррета-Джойнер-Халенды по адсорбционным ветвям изотермы в диапазоне парциальных давлений $0.4 < P/P_0 < 1.0$. В ходе проведения исследований осуществляли выбор оптимальных условий подготовки образца, оптимальных условий измерения текстурных характеристик (масса образца, время и температура термодготовки образца, диапазон относительного давления адсорбата P/P_0 , способ вычисления аттестуемых характеристик).

C26 ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ЭЛЕКТРОДОВ КОНДЕНСАТОРНЫХ ЯЧЕЕК, ПРИГОТОВЛЕННЫХ ИЗ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

Скидин Д.О.¹⁾, Лошкарев А.А.¹⁾, Хрустов В.Р.²⁾, Никонов А.В.²⁾

¹⁾Московский физико-технический институт

²⁾Институт электрофизики УРО РАН

dmityrskidin@gmail.com

Динамичное развитие электроники и энергетики в последние десятилетия привело к появлению нового класса устройств - суперконденсаторов, представляющих собой конденсаторы, обкладками которых является двойной электрический слой на границе раздела электрода и электролита. Емкость такого конденсатора намного превышает емкость электролитического конденсатора благодаря малой толщине двойного слоя и большой удельной поверхности проводника.

Подходящим материалом для электродов суперконденсатора являются углеродные нанотрубки, обладающие высокой электропроводностью и удельной поверхностью, химической и термической стойкостью. В данной работе использовались нанотрубки торговой марки "Таунит-М" со средним внешним диаметром 12,2 нм и средним внутренним диаметром 4,7 нм. Содержание негорючего до 1000 °С остатка (зольность) составило 0,9%, значение удельной поверхности по методу BET - 291,56 м²/г.

Из углеродных нанотрубок готовилась суспензия с применением методов ультразвуковой обработки, химической активации и перемешивания. Агрегативная и седиментационная устойчивость суспензии контролировалась методами акустической и электроакустической спектроскопии на анализаторе Dispersion Technology-1202.

Полученная суспензия под давлением фильтровалась через фторопластовую мембрану с микронной ячейкой, после чего сформированный слой сушился и отделялся от мембраны. Удельное сопротивление полученной углеродной бумаги составило порядка 3 Ом при толщине 0,4 мм.

Были изготовлены конденсаторные ячейки с электродами из полученной углеродной бумаги и с сепаратором из пористой полипропиленовой мембраны. Их тестирование проводилось на анализаторе частотного отклика Solartron S1-1260. Зависимости емкости ячейки от частоты снимали в диапазоне частот 0,01 - 10000 Гц при амплитуде сигнала 10 мВ. Циклирование ячеек проводили в гальваностатическом режиме в диапазоне напряжений от 0 до 1 В с плотностью тока 200 мА/г. Удельная емкость электродных материалов, полученная из данных импедансной спектроскопии, составила около 60 Ф/г, что в несколько раз больше емкости электролитических конденсаторов.

ИНФОРМАЦИЯ
ОБ УЧАСТНИКАХ ВЫСТАВКИ





ООО «Евротек Дженерал» – эксклюзивный представитель компании Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG и официальный представитель компаний MOXTEK Inc и IFG - Institute for Scientific Instruments GmbH на территории Российской Федерации



Physik Instrumente (PI)

PI – лидер в области разработки и производства систем микро и нанопозиционирования. В линейке продукции представлены:

- Гексаподы
- Линейные, угловые и наклонные платформы для микро- и наноперемещений
- Линейные актуаторы и пьезоактуаторы
- Высокоточные датчики
- Пьезоэлементы и пьезокерамика

Оборудование находит активное применение в аэрокосмической промышленности, астрономии, наноиндустрии, биотехнологии и медицине, полупроводниковой промышленности, метрологии и позволяет решать практически любые задачи в области прецизионного позиционирования.



IFG – Institute for Scientific Instruments

Основное направление деятельности компании IFG – исследования и разработка оборудования в области рентгеновской оптики и рентгеновского анализа. Компания производит широкий спектр капиллярной рентгеновской оптики (различные рентгеновские линзы, полулинзы и т.п.), а также установки и модули для рентгенофлуоресцентного анализа.

Установки ELBRUS и iMOXS являются главными представителями такого рода систем и хорошо известны многим специалистам в области рентгеновского анализа.



MOXTEK Inc.

MOXTEK - производитель OEM компонент рентгеновского оборудования, поляризующих и светоделительных пластин. В ассортименте продукции MOXTEK представлены компактные источники рентгеновского излучения, полупроводниковые PIN детекторы рентгеновского излучения, рентгеновские окна из бериллия и полимерных материалов.

Компоненты рентгеновского оборудования успешно используются в установках для научного и промышленного применения, в том числе, в портативных рентгенофлуоресцентных анализаторах и дифрактометрах.



Адрес: 115114, г. Москва, Павелецкая наб., д.8 стр.6, офис 401

Тел./факс: +7(495)600-40-84

Email: info@eurotek-g.com Сайт: www.eurotek-general.com



Agilent Technologies

Authorized Distributor

115191, Москва,
Холодильный пер., 3 С4
www.ntnk.ru +7 (495) 619 50 90



Оборудование для наномеханических испытаний



Методы измерений:

Наноиндентирование и скретч-тест
Динамическое наноиндентирование

Оборудование:

Agilent Nano Indenter G200

Agilent Nano Indenter G300

Agilent T150 UTM

Область применения:

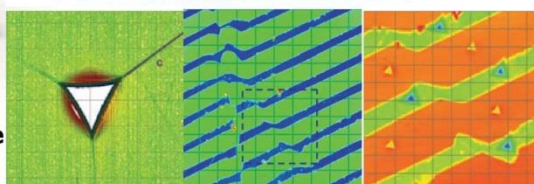
Тонкие пленки и покрытия DLC

Многослойные и многофазные материалы

Биоматериалы

Полупроводники

МЭМС-устройства



Сканирующие зондовые микроскопы **Agilent Technologies**

Методы измерений:

Атомно-силовая микроскопия

Сканирующая туннельная микроскопия

Сканирующая микроволновая микроскопия

Оборудование:

Agilent 5500 AFM/SPM

Agilent 5600LS AFM/SPM

Agilent 6000ILM AFM

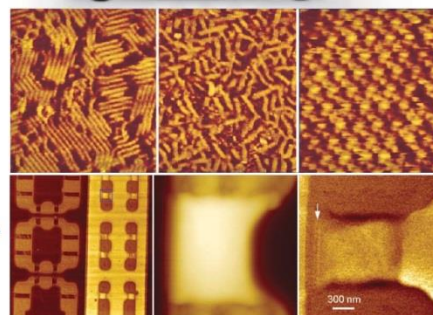
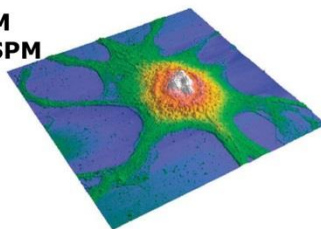
Область применения:

Новые материалы

Полимеры

Биоматериалы

Полупроводники



FIELD EMISSION SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

Методы измерений:

Растровая электронная микроскопия

Оборудование:

Agilent 8500 FE-SEM

Область применения:

Полимеры

Биоматериалы и медицина

Полупроводники

Непроводящие

и энергочувствительные материалы

Agilent Technologies



Оборудование для аэрозольных исследований, приборы для диагностики аэродисперсных систем

AeroNanoTech



Диффузионный аэрозольный спектрометр (ДАС)

- Диапазон измеряемых размеров частиц: 3-200 нм
- Предел измеряемых концентраций: 50000 частиц в куб. см
- Диапазон измеряемых относительных влажностей: 5 - 100% (точность +/- 3%)
- Точность измерения температуры: +/- 0.4°C
- Точность измеряемых давлений: +/-1.5%



Портативный аэрозольный лазерный счётчик

Портативный аэрозольный счетчик субмикронных частиц модель 4705 используется для замера концентрации частиц и их распределения по размерам в субмикронном диапазоне. Прибор предназначен для измерения счётной концентрации в следующих диапазонах: 0,3; 0,5; 1; 2; 3; 5 микрон.



Аэрозольный лазерный счётчик субмикронных частиц

Аэрозольный счетчик субмикронных частиц модель 4707 используется для замера концентрации частиц и их распределения по размерам в субмикронном диапазоне. Прибор предназначен для измерения счётной концентрации в следующих диапазонах: 0,3; 0,5; 1; 2; 3; 5 микрон



Аэрозольный распылитель частиц

- Размер тестируемых частиц (при работе совместно с ДАС 2702) - >3 нм
- Время замера - от 1 минуты (зависит от концентрации и выбирается пользователем)
- Электрическое питание ~ 220В, 50 Гц; - 12 В



Измеритель эффективности фильтрующих материалов

- Размер тестируемых частиц (при работе совместно с ДАС 2702) - >3 нм
- Время замера - от 1 минуты (зависит от концентрации и выбирается пользователем)
- Электрическое питание ~ 220В, 50 Гц; - 12 В
- Размеры: 310 x 230 x 300мм.



Термофоретический осадитель аэрозольных частиц

- Размер тестируемых частиц <200 нм
- Максимальный расход газоносителя - 1,5 литра в минуту
- Эффективность осаждения - 99% (зависит от скорости аспирации газоносителя)
- Электрическое питание - 220В, 50 Гц
- Размеры: 310 x 370 x 230мм



Конденсационный генератор высокодисперсных частиц

- Размер получаемых частиц <200 нм
- Максимальный расход газоносителя - 5 литров в минуту
- Максимальная концентрация - 1010 см-3 (зависит от скорости газоносителя, материала и температуры нагрева)
- Электрическое питание - 220В, 50 Гц
- Размеры: 210 x 220 x 230мм

ООО "АэроНаноТех"

Тел.: +7 (495) 924 87 09

info@aeronanotechnology.com

Группа МЕТРОЛОГИЯ ДИСПЕРСИЙ

Новые возможности по характеристике концентрированных дисперсий

Направления деятельности:

- Разработка, адаптация и аттестация методик измерений, испытаний и калибровок
- Оптимизация технологий производства
- Создание стандартных образцов
- Консультации в области метрологического обеспечения
- Контрольные испытания образцов продукции для целей экспертизы и сертификации

Оборудование для характеристики концентрированных дисперсий



Акустические и электроакустические анализаторы DT-1202, DT-100, DT-300, DT-310, DT-330, DT-600, DT-700 для измерения комплекса параметров дисперсий:

- Размеры частиц
- Пористость
- Содержание ПАВ
- Размер пор
- pH водных дисперсий
- Вязкость объемная и сдвиговая
- Дзета-потенциал
- Сжимаемость
- Проводимость
- Скорость звука

Анализаторы Acorn Area и Acorn Flow для оперативного контроля параметров состояния концентрированных суспензий:

- Площадь поверхности частиц в суспензиях
- Средний размер частиц в суспензиях
- Степень смачиваемости частиц
- Степень адсорбции ПАВ на частицах



Стандартные образцы наночастиц в дисперсиях



Материал стандартного образца диаметра наночастиц коллоидного раствора	Регистрационный номер в государственном реестре СО	Аттестованное значение, нм
Диоксид титана TiO_2	ГСО 10144-2012	$14,3 \pm 2,6$
Диоксид кремния SiO_2	ГСО 10145-2012	$22,7 \pm 4,0$
Оксид цинка ZnO	ГСО 10146-2012	$20,0 \pm 3,4$
Оксид алюминия Al_2O_3	ГСО 10147-2012	$16,1 \pm 2,8$

www.dispersion-metrology.com

info@dispersion-metrology.com

тел. (495) 760-11-83, тел. (495) 765-94-13

ФОНД ИНФРАСТРУКТУРНЫХ И ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ ПРОГРАММ

117036, Москва, проспект 60-летия Октября, 10А. Т: +7 (495) 988-53-88

info@rusnano.com

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

119991, Москва, В-49, ГСП-1, Ленинский проспект, 9. Т: +7 495 236 0300

info@gost.ru

УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ Б.Н.ЕЛЬЦИНА

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, Т: 8-800-100-50-44

contact@urfu.ru

Оператор школы:

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР РОСНАНО

117036, Москва, Проспект 60-летия Октября, д. 10А. Т: +7 495 988 5659

info@rusnano-mc.com

