

ТОМ 2

конференция

XXVIII Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов». г. Черноголовка, 7 – 10 сентября 2020г. Том 2. 272 с.

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

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

© 2020, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

ISBN 978-5-6045073-2-2 (т.2)

ISBN 978-5-6045073-0-8

Оглавление

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ	9
ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ	10
ПРОГРАММА КОНФЕРЕНЦИИ – РКЭМ-2020	11
7 СЕНТЯБРЯ.....	19
ПРИГЛАШЁННЫЕ ДОКЛАДЫ.....	19
Структурная динамика свободных молекул и конденсированного вещества	20
Ищенко А.А.	
Применение аналитической высокоразрешающей электронной микроскопии для анализа атомного строения и механизмов формирования нанокристаллов в полупроводниковых гетеросистемах	22
Гутаковский А.К., Латышев А.В.	
Количественный анализ изображений точечных дефектов в ПРЭМ	24
Бондаренко В.И., Васильев А.Л.	
Количественная характеристика атомарной структуры ионно-имплантированного кремния методами электронной микроскопии и молекулярно-динамического моделирования.....	26
Боргардт Н.И., Румянцев А.В., Приходько А.С.	
О структуре и распределении деформаций в ядре скользящей 60° дислокации перетасованного набора	28
Федина Л. И.	
НОВЫЕ МЕТОДЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ/РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ, ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ И МИКРОАНАЛИЗА. НОВЫЕ ПРИБОРЫ, ЭЛЕМЕНТЫ ЭЛЕКТРОННОЙ ОПТИКИ, ДЕТЕКТОРЫ И ОБРАБОТКА ИЗОБРАЖЕНИЙ	30
Лоренцева просвечивающая электронная микроскопия киральных текстур в многослойных плёнках Со/Рт.....	31
Татарский Д.А., Петров Ю.В., Гусев Н.С., Чувилин А.Л., Гусев С.А.	
Усовершенствованный метод визуализации 3Д топографии микроструктур в сканирующей электронной микроскопии	33
Зайцев С.В., Караулов В.Ю., Рау Э.И.	
Электронная дифракционная микро-томография. Современное состояние и перспективы развития.	35
Чуховский Ф.Н., Конарев П.В., Бондаренко В.И.	
Прецизионные измерения в электронной дифрактометрии	37
Кульгин А.К., Авилов А.С.	
Прототип растрового электронного микроскопа МС30: первые результаты	39
Казьмирук В.В., Курганов И.Г., Савицкая Т.Н., Бородин А.В.	
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ	41
Микроструктурный анализ сверхпроводящих лент второго поколения на основе (Re)BCO с искусственными центрами пиннинга различной природы	42
Овчаров А.В., Суворова Е.И., Каратеев И.А., Дегтяренко П.Н., Чепиков В.Н., Кауль А.Р., Васильев А.Л.	
Атомарная структура эпитаксиальных слоев гексагонального нитрида бора на однослойном и двухслойном графене на SiC подложке	44
Приходько А.С., Боргардт Н.И., Neilmann M., Lopes J-M. J.	
Влияние термической обработки на морфологию Рт/УНВ	46
Суфиянова А.Э., Жигалина О.М., Басу В.Г., Пономарев И.И., Скупов К.М., Пономарев И.И., Разоренов Д.Ю.	
Исследование методами электронной микроскопии монокристаллов TiS ₃ с разным удельным сопротивлением.	48
Трунькин И.Н., Горлова И.Г., Болотина Н.Б., Бондаренко В.И., Чесноков Ю.М., Васильев А.Л.	
Трёхмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов	50
Модин Е.Б.	

8 СЕНТЯБРЯ	51
ПРИГЛАШЁННЫЕ ДОКЛАДЫ.....	51
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ, РЕНТГЕНОВСКОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОКРЫТИЙ И ГРАНИЧНЫХ СЛОЕВ.....	52
ЛУКИНА Е.А., ГУЛЯЕВ А.И., ЖУРАВЛЕВА П.Л.	
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РАСШИРЕНИЯ И СЖАТИЯ ДЕФЕКТОВ УПАКОВКИ, ВВЕДЕННЫХ В 4H-SiC ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ.....	54
ЯКИМОВ Е.Е., ЯКИМОВ Е.Б.	
СИНТЕЗ И СТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ПОЛИГИДРИДОВ МЕТАЛЛОВ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ.....	55
ИВАНОВА А.Г., ТРОЯН И.А., ГАВРИЛЮК А.Г.	
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	57
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТОНКОГО СЛОЯ HfO ₂ -La В КОМПОЗИТЕ TiN/HfO ₂ /TiN/SiO ₂ /Si ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Хе ПО ДАННЫМ ПЭМ, ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ И СПЕКТРОСКОПИИ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ПОТЕРЬ ЭЛЕКТРОНОВ.....	58
СУВОРОВА Е.И., УВАРОВ О.В., АРХАРОВА Н.А., СКУРАТОВ В.А.	
ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ ГИДРОГЕЛЯ ПОЛИ-N-ВИНИЛПИРОЛИДОН – La(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	60
ОРЕХОВ А.С., АРХАРОВА Н.А., КЛЕЧКОВСКАЯ В.В.	
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ, ИНДУЦИРОВАННЫХ ФЕМТОСЕКУНДНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ, МЕТОДАМИ СВЕРХБЫСТРОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ	62
АСЕЕВ С.А., ИЩЕНКО А.А., КОМПАНЕЦ В.О., КОЧИКОВ И.В., МАЛИНОВСКИЙ А.Л., МИРОНОВ Б.Н., ПОЙДАШЕВ Д.Г., ЧЕКАЛИН С.В., РЯБОВ Е.А.	
ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В КОМПОЗИТАХ ПТФЭ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ДОЗАХ ОБЛУЧЕНИЯ ГАММА-КВАНТАМИ	64
САДОВСКАЯ Н.В., АВИЛОВ А.С., ХАТИПОВ Р.С., ХАТИПОВ С.А.	
СЕГРЕГАЦИЯ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ДИСЛОКАЦИИ МАЛОУГЛОВОЙ ГРАНИЦЫ В ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ ПРИ ИОННОМ ОБЛУЧЕНИИ	66
РОГОЖКИН С.В., ИСКАНДАРОВ Н.А., НИКИТИН А.А., ХОМИЧ А.А., ХОРОШИЛОВ В.В., БОГАЧЕВ А.А., ЛУКЪЯНЧУК А.А., РАЗНИЦЫН О.А., ШУТОВ А.С., КУЛЕВОЙ Т.В., ФЕДИН П.А., ПОТЕХИН А.А., ЗАЛУЖНЫЙ А.Г.	
ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ НА ОКСИДНЫЕ ВКЛЮЧЕНИЯ В СТАЛЯХ EUROFER ODS И ODS 13,5Cr-0,3Ti	67
РОГОЖКИН С.В., БОГАЧЕВ А.А., НИКИТИН А.А., ВАСИЛЬЕВ А.Л., ПРЕСНЯКОВ М.Ю., ТОМУТ М., TRAUTMANN CH.	
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ НАНОСТРУКТУР, ПОЛУЧЕННЫХ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМОПЛАЗМОННОГО ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННОГО ТРАВЛЕНИЯ САПФИРА	69
ЖИГАЛИНА О.М., ХМЕЛЕНИН Д.Н., АТАНОВА А.В., СВИРИДОВ А.П., ЦВЕТКОВ М.Ю.	
МИКРОСКОПИЯ И ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ В ИЗУЧЕНИИ НАНОПРОВОЛОК ИЗ ДВОЙНЫХ СПЛАВОВ	71
ДОЛУДЕНКО И.М., ЕРОХИНА Н.С., ЗАГОРСКИЙ Д.Л., ЖИГАЛИНА О.М., МУСЛИМОВ А.Э., БЕДИН С.А.	
ПЭМ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СУБСТРУКТУРЫ ДИСПЕРСИОННО-ТВЕРДЕЮЩЕГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ V ₂ -NiAl ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛЗУЧЕСТИ	73
КАПЛАНСКИЙ Ю.Ю., ЛЕВАШОВ Е.А., КОРОТИЦКИЙ А.В., ЛОГИНОВ П.А.	
ОСОБЕННОСТИ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ФАЗ В ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВАХ СИСТЕМЫ Nb-Mo-C	75
ГНЕСИН И.Б., ГНЕСИН Б.А., КАРПОВ М.И., НЕКРАСОВ А.Н., ПРОХОРОВ Д.В., ВНУКОВ В.И., СТРОГАНОВА Т.С.	
ИССЛЕДОВАНИЕ ПОРОШКОВ ПЛАТИНЫ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ	77
БАЗУЕВА П.А., МАРКЕВИЧ И.А., СИРОТИНА Д.Ю.	
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА EBSD-АНАЛИЗА ДЛЯ АТТЕСТАЦИИ СТРУКТУР В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ.....	79
РЫБИН В.В., ПЕТРОВ С.Н., ЗОЛОТОРЕВСКИЙ Н.Ю., УШАНОВА Э.А., ЦЕМЕНКО А.В.	
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ХИМИИ, ГЕОЛОГИИ И ИЗУЧЕНИИ ПРЕДМЕТОВ ИСКУССТВА.....	81
РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ И ДРУГИЕ КОМПЛЕМЕНТАРНЫЕ МЕТОДЫ В КОМПЛЕКСНОМ ИЗУЧЕНИИ ЧЕРНИЛЬНЫХ НОВГОРОДСКИХ БЕРЕСТИЯНЫХ ГРАМОТ XIV-XV ВЕКОВ	82
СОЗОНТОВ Е.А., ПРЕСНЯКОВА Н.Н., ПАХУНОВ А.С., ГРЕШНИКОВ Э.А., МАЛАХОВ С.Н., ГАЙДУКОВ П.Г.	
КОМПЛЕКСНЫЙ ПОДХОД К ИССЛЕДОВАНИЮ БИСЕРА ИЗ НАВЕСА МЕШОКО	84
ЧУГУНОВА К.С., ГРИГОРЬЕВА И.А., ЛУКАШОВА М.В.	
АВТОМАТИЧЕСКИЙ ПОИСК И АНАЛИЗ ЧАСТИЦ AZTEC FEATURE ПРИ ИЗУЧЕНИИ РЕДКОМЕТАЛЬНОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ ЗОЛОТО-СЕРЕБРЯНЫХ РУД.....	86
ЗОБЕНЬКО О.А., ЛУКАШОВА М.В., ОКРУГИН В.М., ЗАЙКИНА А.В., ФИЛОСΟΦОВА Т.М.	

ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ ЛИТОГРАФИЯ. МИКРОСКОПИЯ В СОВРЕМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ	88
Дефектообразование в подложке при экспонировании резиста ионами галлия	89
Шабельникова Я.Л., Зайцев С.И.	
Оптимизация электронно-оптической системы электронного литографа для экспонирования шаблонов.	91
Казьмирук В.В., Курганов И.Г., Подкопаев А.А., Савицкая Т.Н.	
9 СЕНТЯБРЯ	93
ПРИГЛАШЁННЫЕ ДОКЛАДЫ	93
Магнитно-резонансная силовая микроскопия ферромагнитных тонкопленочных наноструктур	94
Миронов В.Л.	
СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ	95
Магнито-силовая микроскопия от магнитомеченных клеток до спеченных магнитов и элементов спинтроники	96
Коплак О.В.	
Определение механических свойств многослойных материалов методом атомно-силовой спектроскопии	98
Маханек А.А., Мельников Г.Б., Петровская А.С., Чижик С.А.	
Кристаллы-суперпротоны: влияние изменений водородных связей на свойства	100
Макарова И.П., Селезнева Е.В., Коморников В.А., Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л., Васильев А.Л., Малышкина И.А.	
Автоматическое распознавание наночастиц на изображениях сканирующей зондовой микроскопии с использованием компьютерного зрения и глубокого машинного обучения.....	102
Окунев А.Г., Машуков М.Ю., Нартова А.В., Матвеев А.В.	
РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ. IN-SITU ИССЛЕДОВАНИЯ В РЭМ ...104	
Исследование оптических свойств и диффузионной длины в Ga ₂ O ₃ методами РЭМ.....	105
Якимов Е.Б.	
Новый сценарий кинетики зарядки диэлектриков и сегнетоэлектриков при электронном и ионном облучении	106
Озерова К.Е., Рау Э.И., Татаринцев А.А.	
Исследование методом катодoluminesценции V-дефектов в GaN	108
Вергелес П.С., Якимов Е.Б., Поляков А.Я.	
Исследование вещественного состава и морфологии тонкодисперсных металлургических пылей методами сканирующей электронно-ионной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа	110
Савинова Ю.А., Румянцев Д.В., Мишина О.Ю., Банникова С.А., Сомов П.А.	
ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И КОМПЛЕМЕНТАРНЫХ МЕТОДОВ112	
Разномасштабная структурная диагностика многослойных гетероструктур	113
Пруцков Г.В., Чесноков Ю.М., Пашаев Э.М., Суботин И.А., Васильев А.Л.	
Численные эксперименты с использованием алгоритмов нейронных сетей по определению относительных конфигураций альфа-спиралей в белковых структурах по данным дифракции рентгеновского лазерного излучения на единичных частицах.....	115
Шайтан К.В., Ложников М.А., Новоселецкий В.Н., Армеев Г.А., Кудрявцев А.В., Кобельков Г.М., Шайтан А.К., Кирпичников М.П.	
10 СЕНТЯБРЯ	117
КРИО-ЭМ И ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ, КОНФОКАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ В БИОЛОГИИ И МЕДИЦИНЕ	117
Крио-ЭМ структура 70S рибосомы из <i>E. coli</i> в комплексе с диритромицином	118
Пичкур Е.Б., Полесскова Е.В., Касацкий П.С., Остерман И.А., Поликанов Ю.С., Мясников А.Г., Коневга А.Л.	
Определение структуры комплекса Dps-ДНК методами криоэлектронной томографии.....	120
Камышинский Р.А., Чесноков Ю.М., Дадинова Л.А., Можаяев А.А., Петухов М.В., Орехов А.С., Штыкова Э.В., Васильев А.Л.	

COMPARATIVE ANALYSIS OF POLYRIBOSOMES BY ELECTRON MICROSCOPY AND SINGLE MOLECULE LOCALIZATION MICROSCOPY	122
SOROKIN I.I., AFONINA Zh.A., STRELKOVA O.S., ZAKHAROVA E.V., KIREEV I.I., SHIROKOV V.A.	
CRYO-EM STRUCTURE OF THE 70 INITIATION COMPLEX FROM <i>S. AURUES</i>	124
GOLUBEV A., FATKHULLIN B., KHUSAINOV I., JENNER L., GABDULKHAKOV A., VALIDOV SH., YUSUPOVA G., YUSUPOV M., USACHEV K.	
АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ ОДИНОЧНЫХ МОЛЕКУЛ БИОПОЛИМЕРОВ СВЕРХВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ	125
Клинов Д.В., Дубровин Е.В., Баринов Н.А.	
ПОВЕРХНОСТНЫЕ УЛЬТРАСТРУКТУРЫ БАКТЕРИЙ-ХИЩНИКОВ: ОСОБЕННОСТИ НАДМОЛЕКУЛЯРНОЙ ОРГАНИЗАЦИИ И МЕХАНИЗМЫ ДЕЙСТВИЯ.....	127
Сузина Н.Е., Мачулин А.В., Полищев В.Н., Шорохова А.П., Соболева О.И., Абашина Т.Н., Дуда В.И.	
ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЧАСТИЦ МОНТМОРИЛЛОНИТА С ДНК МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ	129
Краевский С.В., Баринов Н.А., Морозова О.В., Палюлин В.В., Кремлева О.В., Клинов Д.В.	
ИССЛЕДОВАНИЯ МОРФОЛОГИИ ПОПУЛЯЦИЙ МИКРООРГАНИЗМОВ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	131
Арсенюк А.Ю.	
ПРОГРЕССИРУЮЩАЯ С ВОЗРАСТОМ РЕОРГАНИЗАЦИЯ МИТОХОНДРИАЛЬНОГО АППАРАТА СКЕЛЕТНОЙ МЫШЦЫ ГОЛОГО ЗЕМЛЕКОПА (<i>HETEROCEPHALUS GLABER</i>), ВЫЯВЛЕННАЯ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ: ВОЗМОЖНАЯ РОЛЬ В СОХРАНЕНИИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ МЫШЦ.....	133
Бакеева Л.Е., Байс В.Б., Вангели И.М., Эльдаров Ч.М.	
ЛИЧИНКИ <i>LIMNOCHARES AQUATICA</i> (L., 1758) (ACARIFORMES, LIMNOCHARIDAE) И ОСОБЕННОСТИ ИХ ПАРАЗИТИЗМА С ПОЗИЦИЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	135
Шатров А.Б., Солдатенко Е.В.	
ОБ ЭЛЕКТРИЗАЦИИ АДГЕЗИОННЫХ ЩЕТИНОК ГЕККОНА-ТОКИ В РЭМ И ЕЕ ПРИЧИНАХ.....	137
Ивлев Ю.Ф., Осипов Н.Н., Трофимов О.В., Ильин А.И.	
СТРУКТУРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ХРОМАТИНА И ЯДРЫШКОВОГО ДОМЕНА В СОМАТИЧЕСКИХ ЯДРАХ ИНFUЗОРИЙ	139
Попенко В.И., Караджян Б.П., Иванова Ю.Л., Леонова О.Г.	
ТРЕХМЕРНЫЙ АНАЛИЗ ПЛЛА-МАТРИКСОВ ДЛЯ ТКАНЕВОЙ ИНЖЕНЕРИИ.....	141
Михуткин А.А., Камышинский Р.А., Тенчурин Т.Х., Григорьев Т.Е., Чвалун С.Н., Васильев А.Л.	
СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ	143
СЕКЦИЯ 1. НОВЫЕ МЕТОДЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ/РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ, ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ И МИКРОАНАЛИЗА. НОВЫЕ ПРИБОРЫ, ЭЛЕМЕНТЫ ЭЛЕКТРОННОЙ ОПТИКИ, ДЕТЕКТОРЫ И ОБРАБОТКА ИЗОБРАЖЕНИЙ.....	143
DIRECT MEASUREMENTS OF ADHESION BETWEEN DIAMOND AND METALLIC MATRIX USING NOVEL IN SITU TEM TECHNIQUE	144
LOGINOV P.A., SIDORENKO D.A., OREKHOV A.S., LEVASHOV E.A.	
ФУНКЦИЯ РАДИАЛЬНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ АТОМОВ В АМОРФНЫХ ВЕЩЕСТВАХ ПО ДАННЫМ ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ.....	146
Кульгин А.К., Авилов А.С., Новикова В.В., Васин О.И.	
APPLICATION OF THE THREE-DIMENSIONAL RECONSTRUCTION METHOD USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPY STEREO IMAGES FOR CALIBRATION OF STEP HEIGHT STANDARDS IN SUB-MICROMETER RANGE.....	148
MITYUKHLYAEV V.B., MASLOV V.G., ANBE T., DAI G., HU X., DIENER A., KARABANOV D.A., MILOVANOVA E.A.	
СОСТАВ И ТОПОГРАФИЯ СЛОЕВ Ga ₂ O ₃ /Si, ВЫРАЩЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ.....	150
Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Зубков С.Ю., Никольская А.А., Королев Д.И., Михайлов А.Н., Питиримова Е.А., Чигиринский Ю.И., Тетельбаум Д.И.	
РАЗРАБОТКА АВТОМАТИЗИРОВАННОГО КОМПЛЕКСА ДИФРАКЦИОННОГО КАРТИРОВАНИЯ	152
Каратеев И.А., Овчаров А.В., Каратеева К.Г., Михуткин А.А., Пресняков М.Ю.	
ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРНЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ IN SITU	153
Ермишкин В.А., Минаева Н.А., Кулагин С.П., Томенко А.К.	
ИССЛЕДОВАНИЕ В РЭМ ПРОСТРЕЛЬНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ МИШЕНЕЙ.	155
Гелевер В.Д., Максимов А.Г., Мишин В.В.	
3D РЕКОНСТРУКЦИЯ НАНОКОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ <i>GLUCONACETOBACTER HANSENI</i> С НАНОЧАСТИЦАМИ Au МЕТОДОМ КРОСС-КОРРЕЛЯЦИИ ИЗОБРАЖЕНИЙ ПО ДАННЫМ СЭМ.....	158
Шевцов А.В., Архарова Н.А., Орехов А.С., Ключковская В.В., Васильков А.Ю., Громовых Т.И., Луценко С.В.	

**СЕКЦИЯ 2. КРИО-ЭМ И ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ, КОНФОКАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ
МИКРОСКОПИИ В БИОЛОГИИ И МЕДИЦИНЕ160**

ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ОБОЛОЧКИ ВЕРЕТЕНА ДЕЛЕНИЯ НЕЙРОБЛАСТОВ НА РАЗНЫХ СТАДИЯХ МИТОЗА <i>DROSOPHILA MELANOGASTER</i>	161
САЙДАКОВА С.С., СТРУНОВ А.А. МОРОЗОВА К.Н.	
СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ БАКТЕРИОФАГОВ ИНФИЦИРУЮЩИХ БАКТЕРИИ <i>BACILLUS CEREUS SENSU LATO</i>	163
РЯБОВА Н.А., ШАДРИН А.М.	
ПРИМЕНЕНИЕ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭМ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ИНАКТИВИРОВАННЫХ ВАКЦИН ПРОТИВ КЭ.....	165
САМЫГИНА В.Р., ПИЧКУР Е.Б., ИВАНОВА А.Л., ЕГОРОВ А.М., ИШМУХАМЕТОВ А.А., ВОРОВИЧ М.Ф.	
СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МИНЕРАЛЬНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ В ОРГАНАХ С3 И С4 РАСТЕНИЙ НА ПРИМЕРЕ <i>ACTINIDIA KOLOMIKTA</i> И <i>AMARANTUS L</i>	167
МОТЫЛЕВА С.М., КОЗАК Н.В., ГИНС М.С., КАБАШНИКОВА Л.Ф., ПАНИЩЕВА Д.В., МЕРТВИЩЕВА М.Е., ТЕТЯНИКОВ Н.В., БАЧИЩЕ Т.С., ПАШКЕВИЧ Л.В.	
КРИО-ЭМ СТРУКТУРА 40S РИБОСОМНОЙ СУБЧАСТИЦЫ	169
БАЙМУХАМЕТОВ Т.Н., АФОНИНА Ж.А., ВАСИЛЕНКО К.С.	
ТРИ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ТИПА АМИЛОИДНЫХ ФИБРИЛЛ КАРБОКСИАНАГИДРАЗЫ.....	170
РЯБОВА Н.А., ФАХРАНУРОВА Л.И., БАЛОБАНОВ В.А., ГЛУХОВ А.С., МАРЧЕНКОВ В.В., КАТИНА Н.С.	
ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА СИМБИОНТОВ КАМЕР ЖЕЛУДКА <i>BOS TAURUS TAURUS</i>	172
ХАЦАЕВА Р.М.	
ADAPTIVE ULTRASTRUCTURAL MECHANISMS OF BACTERIAL CELLS IN CONDITIONS OF MICROBIAL DETOXIFICATION OF POLLUTED SOILS	174
SUZINA N.E., SOLYANIKOVA I.P.	
INITIAL CHARACTERIZATION OF THE 80S C. ALBICANS RIBOSOME BY SINGLE PARTICLE CRYOGENIC ELECTRON MICROSCOPY	176
ZGADZAY Y., KOLOSOVA O., STETSENKO A., USACHEV K., VALIDOV SH., ROGACHEV A., GUSKOV A., YUSUPOV M.	
ВОЗМОЖНОСТИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ДЛЯ БИОМЕДИЦИНСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ В САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ УНИВЕРСИТЕТЕ.....	178
БОРИСОВ Я.Г. , ВОРОБЬЁВ М.Г.	
ТОНКАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ МЫШЦ У ЮВЕНИЛОВ <i>NOTENTERA IVANOVI</i> (PLATHELMINTHES, FECAMPIDA)	179
ДРОБЫШЕВА И.М.	
ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭПИДЕРМИСА ЮВЕНИЛЬНОЙ <i>NOTENTERA IVANOVI</i> (PLATHELMINTHES, FECAMPIDA).....	181
ДРОБЫШЕВА И.М.	
ФОРМИРОВАНИЕ БИОПЛЕНК И СОРЕБЦИЯ БАКТЕРИЙ РОДА <i>STARPHYLOCOCCLUS</i> НА ПОВЕРХНОСТИ ГЕРМАНИЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО ИМПЛАНТАЦИЕЙ ИОНАМИ МЕТАЛЛОВ	183
ЕВТЮГИН В.Г., РОГОВ А.М., ВАЛЕЕВ В.Ф., НУЖДИН В.И., СТЕПАНОВ А.Л.	
КРИО-ЭМ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСА ВНЕКЛЕТОЧНОГО ДОМЕНА НИКОТИНОВОГО АЦЕТИЛХОЛИНОВОГО РЕЦЕПТОРА А7 ТИПА С ТОКСИНОМ WTX.....	185
ЦАРЕВ А.В., ШУЛЕПКО М.А., КУЛЬБАЦКИЙ Д.С., ЯБЛОКОВ Е., ЧЕСНОКОВ Ю., КАМЫШИНСКИЙ Р.А., ШЕНКАРЕВ З.О., ЛЮКМАНОВА Е.Н.	
ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ МОРФОЛОГИИ МИКОБАКТЕРИЙ <i>M. TUBERCULOSIS</i> ПРИ ОБРАБОТКЕ 5-ЗАМЕЩЕННЫМИ АНАЛОГАМИ ПИРИМИДИН НУКЛЕОЗИДА	187
ЛЕОНОВА О.Г., ХАНДАЖИНСКАЯ А.Л., МАТЮГИНА Е.С., АЛЕКСАНДРОВА Л.А., КЕЗИН В.А., ЧЕРНОУСОВА Л.Н., СМИРНОВА Т.Г., АНДРЕЕВСКАЯ С.Н., КОЧЕТКОВ С.Н., ПОПЕНКО В.И.	
СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ВИРИОНОВ ГРИППА И ВИРУСА ЛЕСА СЕМЛИКИ К КИСЛЫМ РН.....	189
МАНЬКИН А.А., ЖИРНОВ О.П., ЛИСИЦЫН Ф.В., КЛИМЕНКО С.М.	
ВЛИЯНИЕ ИОНОВ СЕРЕБРА НА МОРФОЛОГИЮ БАКТЕРИЙ <i>E. COLI</i> AND <i>B. SUBTILIS</i>	191
ПАВЛОВА Е.Р., ГРАФСКАЯ Е.Н., МАТВЕЕВА А.Г., МОРОЗОВА О.В. , ЛАЗАРЕВ В.Н., КЛИНОВ Д.В.	
ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ПРОЦЕССОВ АДГЕЗИИ И ПРОЛИФЕРАЦИИ СТРОМАЛЬНЫХ И ЭПИТЕЛИАЛЬНЫХ КЛЕТОК НА МАТРИКСАХ РАЗЛИЧНОГО ТИПА НА ОСНОВЕ БИОСОВМЕСТИМЫХ ПОЛИМЕРОВ В СЭМ	193
ПАЦАЕВ Т.Д., КАМЫШИНСКИЙ Р.А., ВАСИЛЬЕВ А.Л.	
КРИОЭЛЕКТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ И ТРЕХМЕРНЫЙ АНАЛИЗ ГИДРОЗОЛЕЙ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ	195
МИХУТКИН А.А., КАМЫШИНСКИЙ Р.А., КУЗНЕЦОВ Н.М., ЧВАЛУН С.Н., ВАСИЛЬЕВ А.Л.	
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ МИКРОКРИСТАЛЛОВ РАСТВОРИМЫХ БЕЛКОВ	197
БОЙКОВА А.С., ДУБОВА К.М., ПИЧКУР Е.Б., САМЫГИНА В.Р.	

СЕКЦИЯ 3. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ.....198

Влияние на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания атома кремния в кристалле германия при ионизации его <i>L</i> - или <i>K</i> -оболочки.....	199
Боргардт Н.И., Зыков А.В., Рудич Н.В.	
Особенности структуры $LaScO_3$, допированного стронцием.....	201
Жигалина О.М., Хмеленин Д.Н., Атанова А.В., Ананьев М.В., Фарленков А.С.	
Управление элементным составом пленок ЦТС, осаждаемых магнетронным распылением, путем варьирования давления аргона	203
Бешенков В.Г., Знаменский А.Г., Марченко В.А., Некрасов А.Н.	
DYNAMICAL SCATTERING SIMULATION AND ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION APPLICATION FOR ORIENTATION MAPPING OF FERROELECTRIC DOMAINS.....	205
CHEZGANOV D.S., LYSAKOV M.N., PASHNINA E.A., LINKER E.A.	
Магнитные пинцеты на основе микропроводов $a-Fe/FeCoBDyPr$	207
Дворецкая Е.В., Дремова Н.Н., Королева Н.Д., Моргунов Р.Б., Коплак О.В.	
Исследование аморфных и кристаллических кластеров германия в плёнке $GeSi_xO_y$	209
Кривякин Г.К., Володин В.А., Гамбараян М.П., Черкова С.Г., Stoffel M., Rinnert H., Vergant M.	
Микроструктурный анализ сверхпроводящих лент второго поколения на основе (RE)BCO с искусственными центрами пиннинга различной природы	211
Овчаров А.В., Суворова Е.И., Каратеев И.А., Дегтяренко П.Н., Чепиков В.Н., Кауль А.Р., Васильев А.Л.	
EDS ANALYSIS OF THE PENETRATION OF QUANTUM DOTS AND PLASMON NANOCRYSTALS INTO A POROUS MATRIX ..	213
Baranov M.A., Litvin A.P., Dubavik A., Andreeva O.A.	
Исследование дислокационных розеток после индентирования в пленке GaN p-типа методом катодоллюминесценции.	215
Вергелес П.С., Якимов Е.Б., Поляков А.Я., Орлов В.И.	
Исследование влияния ПАВ на морфологию оксида алюминия.....	217
Посельская Ю.В., Викторов В.В., Учаев Д.А.	
Агломерация ансамблей серебряных НП, полученных методом шаблонного синтеза.....	218
Бедин С.А., Кожина Е.П., Ковалец Н.П., Долуденко И.М., Разумовская И.В., Каневский В.М.	
Просвечивающая электронная микроскопия в трибологии наноструктурных материалов.....	220
Бондарев А.В.	
Упорядоченные магнитные структуры: формирование сфокусированным ионным пучком и исследование методами просвечивающей электронной микроскопии.....	222
Петров Ю.В., Гусев С.А., Чувилин А.Л., Татарский Д.А., Сапожников М.В., Михайловский В.Ю.	
Наблюдение контраста органических и металлоорганических материалов в сканирующей электронной микроскопии.....	224
Петров Ю.В., Васильева А.А., Мамонова Д.В., Маньшина А.А.	
Особенности кристаллической структуры новых соединений $CsTe_{1.625}W_{0.375}O_6$ и $RbTe_{1.5}W_{0.5}O_6$ со структурой в-пирохлора	226
Фукина Д.Г., Боряков А.В., Зубков С.Ю., Сулейманов Е.В., Суродин С.И.	
Твердофазная реакция в тонкопленочной системе Al/Ag.....	228
Жарков С.М., Алтунин Р.Р., Моисеенко Е.Т.	
Микро рельеф разрушения образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом селективного лазерного сплавления и испытанных на растяжение.....	230
Перминова Ю.С., Басков Ф.А., Афонин А.В.	
Исследование процесса магнетронного осаждения слоев цинка с развитой удельной поверхностью	232
Асваров А.Ш., Каневский В.М., Муслимов А.Э., Буташин А.В., Алиев М.А.	
СЭМ исследование композитных аэрогелей на основе политетрафторэтилена и восстановленного оксида графена.....	234
Дремова Н.Н., Баскаков С.А., Шульга Ю.М.	
Электронно-микроскопическое изучение наночастиц в- $NaYF_4$, полученных методом высокоэнергетического помола	236
Кошелев А.В., Ивановская Н.А., Хайдуков Е.В., Архарова Н.А., Каримов Д.Н.	
Электронная микроскопия в изучении процессов твердофазного синтеза пленок ферритов никеля .	238
Муслимов А.Э., Буташин А.В., Асваров А.Ш., Григорьев Ю.В., Каневский В.М.	
ПЭМ исследование структуры полуполярных слоёв GaN, полученных на нанопрофилированных Si(001) подложках с использованием промежуточного слоя SiC.....	240
Мясоедов А.В., Берт А.Н., Бессолов В.Н.	

Взаимодействие никеля с протяженными дефектами в кремнии при комнатной температуре.....	242
Орлов В.И., Солтанович О.А., Ярыкин Н.А., Якимов Е.Б.	
Комплексный подход к исследованию структуры тонкой пленки NbN _x в многослойной системе Si/SiO ₂ /HfO ₂ /NbN _x	244
Сиротина А.П., Першина Е.А., Шибалов М.В., Порохов Н.В., Белов В.С., Мумляков А.М. и Тархов М.А.	
Кристаллизация аморфных сплавов системы Co-Fe-B в зависимости от легирующего компонента	246
Волков Н.А., Абросимова Г.Е., Аронин А.С.	
Микроструктуры в тонких пленках системы Bi-Te, выявляемые просвечивающей электронной микроскопией	248
Колосов В. Ю., Юшков А. А.	
Электронно-микроскопическое исследование сверхпроводящих оксидов системы Eu-Ba-Cu-O	250
Николайчик В.И., Барковский Н.В., Федотов В.К.	
Исследование луковичнообразных углеродных наночастиц и возможности их применения для упрочнения алюминиевой матрицы в композитах.....	252
Попов В.А., Борунова А.Б., Ходос И.И., Ковальчук М.Н.	
Исследование структуры интерметаллидов в жаропрочных HP-сплавах методами электронной микроскопии	254
Святышева Е.В., Петров С.Н., Кондратьев С.Ю.	
Получение нанокристаллов Bi на SiO ₂ подложке и исследование их структуры в просвечивающем электронном микроскопе	256
Волков В.Т., Касумов Ю.А., Касумов А.Ю., Ходос И.И.	
Влияние облучения электронным лучом на катодолюминесценцию массива стержней ZnO аголовок	258
Якимов Е.Б., Якимов Е.Е., Редькин А.Н.	
Влияние рентгеновского облучения на поликристаллические пленки в системе BaF ₂ – LaF ₃	260
Авиллов А.С., Каримов Д.Н., Кульгин А.К., Новикова В.В., Соколов Б.П.	
Кинетика кристаллизации наноразмерных плёнок TlIn _{1-x} Sn _x Se ₂	262
Панахов М.М., Алекперов Э.Ш., Гараев Э.С., Назаров А.М., Фарзалиев С.С.	
Исследование морфологии поверхности светопоглощающего покрытия на никеле	264
Гасенкова И.В., Андрухович И.М., Денисюк С.В., Лугин В.Г.	
Структурные особенности порошка никелида титана, применяемого для изготовления биосовместимых материалов	266
Волочаев М.Н., Аникеев С.Г., Артюхова Н.В.	
АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ	268

Организационный комитет

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

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

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

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

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

Члены Оргкомитета:

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

Благов А.Е. (НИЦ КИ)

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

Дьякова Ю.А. (НИЦ «КИ»)

Казьмирук Л. А. (ИПТМ РАН)

Казьмирук В.В. (ИПТМ РАН)

Кашкаров П.К. (НИЦ «КИ»)

Латышев А.В. (ИФП СО РАН)

Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)

Осипов Н.А. (ИПТМ РАН)

Саранин А.А. (ИАПУ ДВО РАН)

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

Форш П.А. (НИЦ КИ)

Якимов Е.Б. (ИПТМ РАН)

Программный комитет

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

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

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

Аронин А.С. (ИФТТ РАН)

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

Боргардт Н.И. (МИЭТ, Зеленоград)

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

Ищенко А.А. (МИТХТ)

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

Марченков Н.В. (НИЦ КИ)

Мохов А.В. (ИГЕМ РАН)

Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)

Пашаев Э.М. (НИЦ «КИ»)

Попенко В.И. (ИМБ РАН)

Рау Э.И. (физфак, МГУ)

Соколова О.С. (биофак, МГУ)

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

Программа Конференции – РКЭМ-2020

7 сентября (понедельник)

9.00 Открытие Конференции – РКЭМ-2020

9.00-09.20 **Ковальчук М.В.** Открытие конференции

09.20-09.30 **Каневский В.М., Рощупкин Д.В.** Приветственное слово

Приглашённые доклады

9.30-10.10 **Ищенко А.А.:** Структурная динамика свободных молекул и конденсированного вещества

10.10-10.40 **Гутаковский А.К., Латышев А.В.:** Применение аналитической высокоразрешающей электронной микроскопии для анализа атомного строения и механизмов формирования нанокристаллов в полупроводниковых гетеросистемах

10.40-11.10 **Бондаренко В.И., Васильев А.Л.:** Количественный анализ изображений точечных дефектов в ПРЭМ

11.10-11.40 **Боргардт Н.И., Румянцев А.В., Приходько А.С.:** Количественная характеристика атомарной структуры ионно-имплантированного кремния методами электронной микроскопии и молекулярно-динамического моделирования»

11.40-12.10 *Кофе-брейк*

Приглашённый доклад

12.10-12.40 **Федина Л.И.:** О структуре и распределении деформаций в ядре скользящей 60° дислокации перетасованного набора

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

12.40-13.00 **Татарский Д.А., Петров Ю.В., Гусев Н.С., Чувилин А.Л., Гусев С.А.:** Лоренцева просвечивающая электронная микроскопия киральных текстур в многослойных плёнках Co/Pt

13.00-13.20 **Зайцев С.В., Караулов В.Ю., Рау Э.И.:** Усовершенствованный метод визуализации 3Dтопографии микроструктур в сканирующей электронной микроскопии (Доклад утверждается)

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

13.40-15.00 Обед

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

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

Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

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

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

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

16.35-17.00 Кофе-брейк

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

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

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

10.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

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

8 сентября (вторник)

Приглашённые доклады

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

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

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

Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

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

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

11.00-11.30 Кофе-брейк

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

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

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

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

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

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

13.20-15.00 Обед

15.00-15.15 **Капланский Ю.Ю., Левашов Е.А., Короткицкий А.В., Логинов П.А.**: ПЭМ исследования дислокационной субструктуры дисперсионно- твердеющего сплава на основе B_2-NiAl после деформации ползучести

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

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

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

Электронная микроскопия в химии, геологии и изучении предметов искусства

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

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

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

16.45-17.10 Кофе-брейк

Электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях

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

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

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

10.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

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

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

Секция 5. Сканирующая зондовая микроскопия

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

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

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

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

9 сентября (среда)

Приглашённые доклады

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

Сканирующая зондовая микроскопия

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

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

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

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

10.50-11.15 Кофе-брейк

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

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

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

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

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

Применения электронной микроскопии и комплементарных методов

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

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

13.35-14.45 Обед

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

15.00-20.00 Стендовая сессия

18.00-20.00 Представление стендовых докладов:

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

10 сентября (четверг)

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

12.30-13.00 Кофе-брейк

13.00 Закрытие конференции.

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

7 сентября

Приглашённые доклады

Структурная динамика свободных молекул и конденсированного вещества

Ищенко А.А.

МИРЭА-Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова
aischenko@yasenevo.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.66.60.001

Мечтой каждого исследователя, работающего в области естественных наук, является непосредственное наблюдение движения атомов и молекул в реальном времени физических, химических и биологических процессов. Естествознание, опирающееся на понятие атомов, молекул, их взаимодействий, по определению, включает в себя структурную динамику и наблюдение взаимопревращения молекул, - что является самой сутью химии. Вся химическая наука унифицирована через мысленный эксперимент, в котором мы пытаемся осмыслить, как молекулы взаимопревращаются между различными структурами при прохождении через область пересечения барьера химической реакции, - переходного состояния. Управление высотой барьера допускает одну из множества возможных перегруппировок атомов, поскольку она происходит быстрее, чем конкурирующие процессы, приводящие к возможности получения множества продуктов реакции. То есть химия, по самой своей природе, является "гонкой со временем". Высота барьера экспоненциально определяет статистическую вероятность данного пути реакции. Манипулирование высотой барьера дает химикам эффективный, экспоненциальный контроль над выходом продукта реакции. Этот классический мысленный эксперимент также затрагивает одну из самых значительных интеллектуальных вопросов в области химии [1,2]. Движения или флуктуации ядер, ведущие к химическим процессам, нелинейными связями вовлекают все колебательные степени свободы. Задачи современного химического синтеза включают в себя сотни атомов, с целью получения синтетических аналогов биологических систем или "живой" химии. Проблема "визуализации" структур переходного состояния сродни поиску пути от одной долины к другой в очень неровной горной области во время землетрясения, когда горы и ландшафт меняются по мере движения по местности: внезапно появляется проход и сотрясение ведет к более стабильной долине. Без подробного понимания того, как флуктуации движения ядер молекулы (землетрясения, в этой аналогии) влияют на ландшафт потенциальной энергии, трудно было бы угадать, где и когда образуется проход или путь к следующей долине. Взаимосвязанные движения ядер и электронов приводят к продуктам реакции. Следовательно, ключевые движения в критической точке барьера – переходного состояния реакции, должны быть самоподобными [2,3]. Этот момент подкрепляется тем фактом, что обобщенные механизмы реакции могут быть применены к огромной палитре молекулярных систем с почти произвольным масштабированием по сложности. Даже для относительно

небольших молекулярных систем по сегодняшнему стандарту, скажем, состоящих из 100 атомов, число возможных ядерных конфигураций, соответствующих локальным минимумам на адиабатической поверхности потенциальной энергии практически неисчислимо. Поэтому понятно, что структурная эволюция молекул по координатам реакции включает только подмножество всех $3N-6$ мод, определяемых как моды реакции [2,3]. Следовательно, должно происходить огромное уменьшение размерности в областях пересечения барьеров на поверхности потенциальной энергии многих тел любого уровня сложности [3]. В эволюционно оптимизированных биологических системах, в которых осуществляются химические процессы, управляющие их функциями, должны быть реализованы специфические физические явления, даже на уровне биологических объектов. Как это возможно? Ответ на этот вопрос должен быть связан с процессами пересечения барьеров поверхности потенциальной энергии, отношения которых должны быть взвешены по отношению к конкурирующим процессам. Пересечение барьера в химической реакции определяется далёкими от равновесия, сильно ангармоническими движениями, наиболее сильно связанными с координатой реакции [3]. Именно ангармонизм поверхности потенциальной энергии многих тел, в переходном состоянии смешивает моды, приводящие к сильно локализованным движениям по координатам реакции при уменьшенной размерности. Информация о переходных молекулярных структурах и химической динамике молекул в процессе реакций существенно дополняется при совместном использовании двух методов: спектроскопии, основанной на наблюдении за уровнями энергии и их населенностями, и дифракции, которая непосредственно отображает молекулярные структуры в динамике [4]. Ряд новых результатов о сильно коррелированной ядерной динамике, участвующих в образовании переходных состояний молекулярных систем, возникло из дифракционных исследований с временным разрешением. В своей фундаментальной основе, химия является исследованием структурной динамики, обсуждаются ли синтетические цели или физические методы с явно выраженной целью контролировать превращение вещества из одной формы / свойства в другую. Теперь у нас есть инструменты для наблюдения за химическими реакциями на атомном уровне [4,5].

Автор благодарит РФФИ: грант №20-02-00146

Список литературы:

- [1] Ищенко А А, Баграташвили В Н, Авилов А С *Кристаллография* **56** 805 (2011)
- [2] Miller R J D *Science* **343** 1108 (2014)
- [3] Ischenko A A, Weber P M, Miller R J D *Chem. Rev.* **117** 11066 (2017)
- [4] Ischenko A A, Weber P M, Miller R J D *Russ. Chem. Rev.* **86** 1173 (2017)
- [5] Асеев С А, Ахманов А С, Гиричев Г В, Ищенко А А, Кочкиков И В, Панченко В Я, Рябов Е А *УФН* **190** 113 (2020)

Применение аналитической высокоразрешающей электронной микроскопии для анализа атомного строения и механизмов формирования нанокристаллов в полупроводниковых гетеросистемах

Гутаковский А.К., Латышев А.В.

*ИФП СО РАН, 630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 13
e-mail: gutr@isp.nsc.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.56.90.002

В работе представлены результаты ВРЭМ исследований полупроводниковых низкоразмерных гетеросистем, выполненных на электронном микроскопе TITAN 80-300 (FEI), оборудованном корректором сферической абберации объективной линзы. Для получения количественной информации об особенностях атомного строения материала были использованы специализированные методики цифровой обработки экспериментальных ВРЭМ изображений, в частности метод геометрической фазы. В качестве примеров рассмотрены результаты исследований короткопериодных напряженных сверхрешеток (InAs)-(GaSb) и (GeSiSn) – (Si) [1], тонких кристаллических пленок оксида гафния на подложках кремния и сапфира [2], нанокристаллов мультиграфена в матрице мультифторографена [3].

Представлен детальный анализ физических закономерностей формирования нанокристаллов (НК) прямозонных (GaSb) и квазипрямозонных (β -FeSi₂) полупроводников в матрице кремния. Синтез этих материалов проводился в ИАиПУ ДВО РАН с использованием технологии молекулярно-лучевого осаждения и твердофазной эпитаксии (ТФЭ) в условиях сверхвысокого вакуума [4]. Рассмотрены все стадии трансформации кристаллической структуры НК силицида железа на атомарно-чистой поверхности Si(111) при варьировании условий синтеза [5]. Установлено, что в результате ТФЭ тонких слоев железа (0,4 нм) при 630°C образуются НК со структурой ϵ -FeSi и β -FeSi₂, и эти фазы часто сосуществуют в одних и тех же НК. Дополнительный отжиг при 750°C приводит к превращению НК ϵ -FeSi и β -FeSi₂ в НК α -FeSi₂. Если проводить такой отжиг в потоке атомов кремния, то все НК трансформируются в НК со структурой β -FeSi₂. Приведены данные о морфологии и пространственном распределении НК β -FeSi₂ в матрице Si для разных условий их формирования. Обнаружено, два типа НК β -FeSi₂, отличающихся анизотропией формы и характером сопряжения с матрицей кремния. Для НК обоих типов определены эпитаксиальные соотношения между кристаллическими решетками β -FeSi₂ и Si и выполнены оценки упругих деформаций НК β -FeSi₂ в матрице Si. На основе данных ВРЭМ исследований и анализа оптических свойств этих систем установлено, что фундаментальный переход из непрямозонного в прямозонное электронное состояние связан с

упругой деформацией кристаллической решетки НК β -FeSi₂ диаметром ~10 нм [6].

Выполнен анализ атомной структуры НК, образующихся при ТФЭ железа на вицинальной поверхности Si(111). Установлено, что при температуре 650°C формируются квази-одномерные напряженные НК со структурой α -FeSi₂. При этом, тетрагональная кристаллическая решетка этих НК сжата на ~1.19% в направлении параметров решетки «а» и «b» и растянута на ~13% в направлении параметра решетки «с».

Исследована температурная стабильность химического состава НК GaSb на поверхности Si(111) в интервале температур 200–450°C и определены условия их зародивания кремнием для формирования многослойных гетеросистем GaSb-Si(111). Установлено, что декомпозицию химического состава НК GaSb можно подавить, если проводить осаждение смеси Ga-Sb не на чистую поверхность Si(111)7×7, а на поверхность с предварительно осажденным монослоем сурьмы. При этом все НК GaSb эпитаксиально ориентированы относительно кремния. Релаксация напряжений кристаллической решетки НК происходит за счет формирования краевых дислокаций несоответствия в гетерограницах GaSb-Si. При этом, остаточная деформация крупных НК GaSb варьируется от -1.12% до -0.46%, что значительно меньше остаточной деформации малых НК, которая составляет от -3.84% до -0.85%.

- Работа выполнялась на оборудовании ЦКП «Наноструктуры» при ИФП СО РАН в рамках проекта РНФ № 19-72-30023

Список литературы:

- [1] А.К.Гутаковский, А.В.Латышев, А.Л.Чувиллин. Структура дефектов и границ раздела в полупроводниковых гетеросистемах. 2016, издательство Новосибирск ООО «Параллель», ISBN 978-5-98901-185-8, 261 с.
- [2] V.P. Popov, V.A. Antonov, A.K. Gutakovskii, I.E. Tyschenko, V.I. Vdovin, A.V. Miakonkikh, K.V. Rudenko/. Solid State Electronics, 2020. Article in press.
- [3] Irina V. Antonova, Irina I. Kurkina, Anton K. Gutakovskii, Igor A. Kotin, Artem I. Ivanov, Nadezhda A. Nebogatikova, Regina A. Soots, Svetlana A. Smagulova. Materials and Design 164 (2019) 107526.
- [4] A.V. Shevlyagin, D.L. Goroshko, E.A. Chusovitin, K.N. Galkin, N.G. Galkin & A.K. Gutakovskii. Sci. Rep. 5, 14795 (2015).
- [5] Evgeniy A. Chusovitin, Dmitry L. Goroshko, Sergey A. Dotsenko, Alexander V. Shevlyagin, Nikolay G. Galkin and Anton K. Gutakovskii. JJAP Conf. Proc., 011401 (2017), doi.org/10.7567/JJAPCP.5.011401.
- [6] A.V. Shevlyagin, D.L. Goroshko, E.A. Chusovitin, S.A. Balagan, S.A. Dotsenko, K.N. Galkin, N.G. Galkin, T.S. Shamirzaev, A.K. Gutakovskii, M. Iinuma, and Y. Tera. AIP Conf. Proc. 1874, 030007-1–030007-5, (2017); doi: 10.1063/1.4998036

Количественный анализ изображений точечных дефектов в ПРЭМ

Бондаренко В.И.¹, Васильев А.Л.^{1,2}

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия

² НИЦ «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия

DOI: 10.37795/RSEM.2020.68.71.003

Использование корректоров сферической абберации пробы в просвечивающих растровых электронных микроскопах (ПРЭМ) с регистрацией изображений с помощью высокоугловых кольцевых детекторов темного поля открыло новые возможности в исследовании точечных дефектов в кристаллических материалах и нанокластерах, состоящих из нескольких атомов [1,2]. Оказалось, что контраст, отвечающий за колонки атомов, связан не только со средним атомным номером атомов, но и с количеством атомов в колонке [3]. Точность определения количества атомов одного сорта в каждой колонке, в свою очередь, связана с параметрами фона (шума) на изображении.

Количественный и качественный состав колонки атомов можно оценить, путем сравнения полной интенсивности рассеяния электронов колонками с неизвестным составом с той же величиной для колонок, состав которых известен [4]. Полная интенсивность рассеяния электронов колонкой атомов определяется параметрами распределения интенсивности рассеянных колонкой электронов.

В предположении о гауссовом характере распределении указанной интенсивности его ширина и амплитуда могут быть получены путем аппроксимации наблюдаемого распределения следующим выражением:

$$I(\mathbf{r}) = a_0 + \sum_{n=1}^N \left(a_n \exp \left(-\frac{(x-x_{0n})^2 + (y-y_{0n})^2}{2\sigma_n} \right) \right) \quad (1)$$

где a_0 – значение интенсивности фона, a_n – амплитуды распределения интенсивности в колонках, x_{0n} и y_{0n} – координаты центра колонки и σ_n – дисперсия являются неизвестными параметрами, определяемыми с помощью нелинейного метода наименьших квадратов [5]. В этих обозначениях полная интенсивность рассеяния электронов колонкой может быть вычислена следующим образом:

$$V_n = 2\pi a_n \sigma_n^2 \quad (2)$$

Поскольку наблюдаемое электронномикроскопическое изображение представляет собой свертку интенсивности (1) с функцией передачи контраста электронным микроскопом (ФПК), перед определением неизвестных параметров в (1) изображение очищают от искажений, вносимых ФПК, используя операцию слепой деконволюции [6], основанной на алгоритме Ричардсона – Люси [7].

Указанная методика была использована для оценки концентрации точечных дефектов, в частности, вакансий в монокристаллах TiS_3 и Pr_2MoO_6 , легированных Mg.

Список литературы:

- [1] G. Van Tendeloo, et al. *Adv. Mater.* **24**, 5655–5675 (2012).
- [2] S. Van Aert, et al. *Ultramicroscopy* **109**, 1236–1244 (2009).
- [3] W. Van den Broek, et al. *Ultramicroscopy* **116**, 8–12 (2012).
- [4] S. Van Aert, et al. *Ultramicroscopy*, **109**, 1236-1244 (2009).
- [5] Е.З. Демиденко. Линейная и нелинейная регрессия. «Финансы и статистика». 1981.
- [6] David S.C. Biggs. Accelerated Iterative Blind Deconvolution. Doctoral thesis. The Department of Electrical and Electronic Engineering New Zealand University of Auckland (1998).
- [7] W.H.Richardson. *Journal of the Optical Society of America* **62** 55-59 (1972).

Количественная характеристика атомарной структуры ионно-имплантированного кремния методами электронной микроскопии и молекулярно-динамического моделирования

Боргардт Н.И., Румянцев А.В., Приходько А.С.

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»
e-mail: lemi@miee.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.71.35.004

Воздействие ионными пучками на поверхность твердотельных образцов является одним из ключевых технологических процессов современных нанотехнологий. В работе для анализа нарушений, возникающих в кристаллической решетке кремния после облучения ионами галлия, использована высокоразрешающая электронная микроскопия в сочетании с моделированием атомарной структуры методом молекулярной динамики (МД).

Имплантация ионов галлия с энергией 5 кэВ и дозами $9 \cdot 10^{14}$ и $4.5 \cdot 10^{15}$ см⁻² проводилась на электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650 в образец покрытого естественным окислом монокристаллического кремния с ориентацией (001), отклоненного на угол 7° от нормальной ориентации. Тонкие фольги для исследований в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ приготавливались методом In-Situ Lift-Out в приборе Helios NanoLab 650. Моделирование ионной бомбардировки проводилось методом МД с применением программного пакета LAMMPS, в котором реализован потенциал Tersoff-ZBL.

Экспериментальные микрофотографии образцов поперечного сечения, приготовленных из облученной области перпендикулярно направлению [110], показаны на Рис. 1 а, г. Соответствующие расчетные изображения (Рис. 1 б, д) были получены слоевым методом на основе атомных позиций, вычисленных методом МД. Для сравнения атомного порядка в кристаллической и аморфной частях образца, экспериментальные и расчетные изображения разделялись на N параллельных границе (вдоль оси y) полос шириной $d=5,43$ Å, равной периоду решетки кремния вдоль направления [001]. Центры полос располагались в точках $x_k = x_0 + kd$, где $k = 0 \dots N - 1$, а x_0 – положение центра первой полосы в области кристаллического кремния. Затем интенсивности I_0 и I_k для всех точек (x_i, y_j) сравнивались друг с другом с применением корреляционной функции

$$r(x_k) = 1 - \frac{\sum_i \sum_j [I_0(x_i, y_j) - \bar{I}_0][I_k(x_i, y_j) - \bar{I}_k]}{\sqrt{\left\{ \sum_i \sum_j [I_0(x_i, y_j) - \bar{I}_0]^2 \right\} \left\{ \sum_i \sum_j [I_k(x_i, y_j) - \bar{I}_k]^2 \right\}}},$$

где \bar{I}_0 и \bar{I}_k – средние интенсивности изображений I_0 и I_k соответственно.

Графики функции $r(x_k)$ для экспериментальных и расчетных изображений приведены на Рис. 1 а, г и Рис. 1 б, д. соответственно. На Рис. 1 в, е они сравниваются с графиками введенных в настоящей работе зависимостей $s_{ws}(x_k)$, которые характеризуют повреждения кристаллической структуры, возникающие в кремнии при ионном облучении. Для нахождения таких зависимостей на решетке кремния до облучения строились ячейки Вигнера-Зейтца, на которые накладывались атомные позиции после ионной бомбардировки и вычислялись расстояния $s_{ws}(\vec{r}_i)$ от каждого атома с координатой \vec{r}_i до центра соответствующей ячейки. Затем, как и при вычислении $r(x_k)$, выполнялось усреднение вдоль оси y и вычислялись значения $s_{ws}(x_k)$.

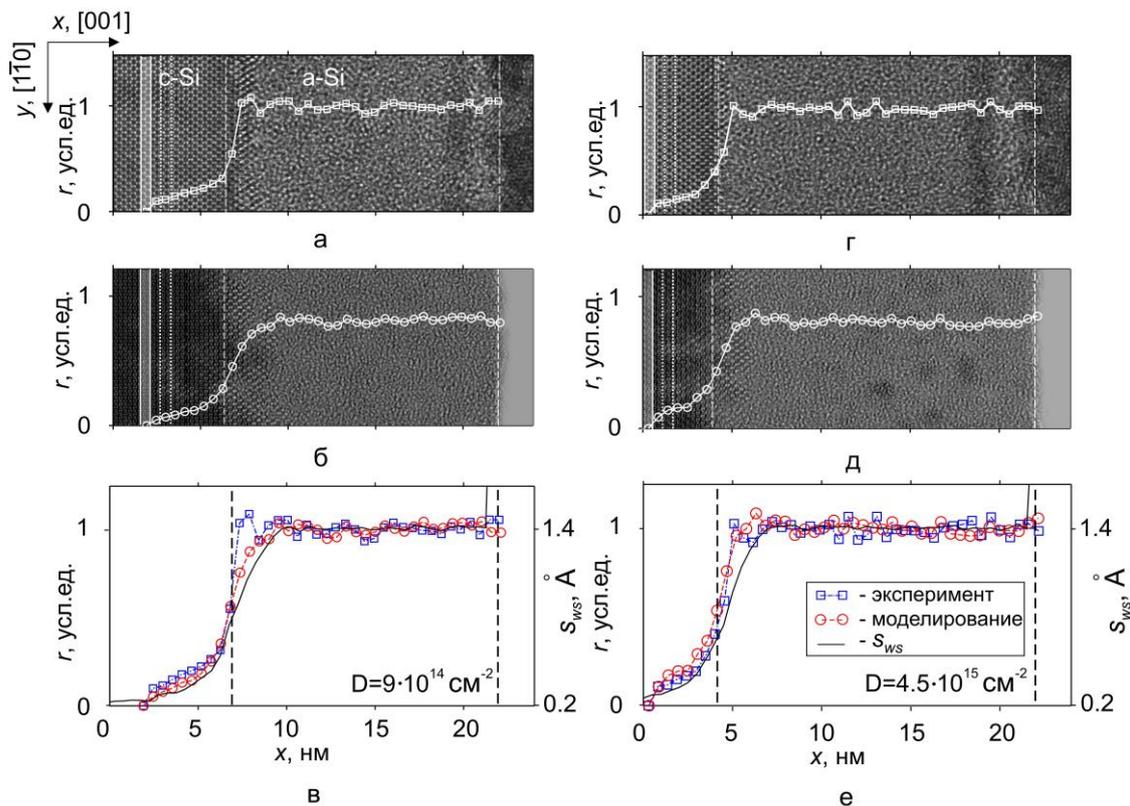


Рис. 1. Экспериментальные (а, г) и расчетные изображения (б, д) образца кремния после ионной бомбардировки с наложенными профилями $r(x_k)$; сравнение профилей $r(x_k)$ с распределениями $s_{ws}(x_k)$, характеризующими повреждения кристаллической атомарной структуры (в, е)

Как видно из Рис. 1 в, е, профили $r(x_k)$ для экспериментальных и расчетных изображений находятся в хорошем соответствии друг с другом. Они также близки к графикам зависимостей $s_{ws}(x_k)$, характеризующим нарушения кристаллической атомарной структуры кремния при его облучении галлием.

Таким образом, в работе показано, что молекулярно-динамическое моделирование позволяет получать атомарную структуру имплантированного ионами галлия кремния, электронно-микроскопические изображения которого соответствуют экспериментальным микрофотографиям.

О структуре и распределении деформаций в ядре скользящей 60° дислокации перетасованного набора

Федина Л. И.

Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Пр. Лаврентьева 13, 630090,
Новосибирск, Российская Федерация
fedina@isp.nsc.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.54.14.005

Скольжение дислокаций, как известно, контролирует процесс пластической деформации кристаллических материалов, но из-за множества существующих типов дислокаций полного понимания этого явления до сих пор нет. В рамках классической модели BDT (brittle-ductile transition) для материалов с алмазоподобной структурой при переходе от хрупкого разрушения к пластическому течению скольжение должно осуществляться посредством диссоциированных 60° дислокаций [1]. Этот классический вариант, действительно, реализуется при повышенных температурах и малых скоростях деформации. Однако при высоких скоростях релаксации/деформации (напряженные полупроводниковые гетеросистемы, шоковые воздействия) скольжение осуществляется недиссоциированными 60° дислокациями [2-6]. По данным *ab initio* расчетов из четырех возможных конфигураций ядра такой дислокации (S1, S2, S3, G), лишь одна, - S1, является скользящей, все остальные - сидячие [7], и только G типа способна расщепляться. Отсюда следует, что S1 дислокация может быть скользящей во всем интервале температур, а переход S1-G связан с существованием кинетических ограничений для переползания ядра S1 из плоскостей $\{111\}$ перетасованного набора (между бислоями $\{111\}$) в скользящий набор (внутри бислоя) и превращения в G тип с последующим расщеплением. Этот переход, как показано в [9], сопровождается эмиссией междоузельных атомов и их кластеризацией в виде метастабильных конфигураций. Однако структура ядра S1 дислокации лишь недавно была идентифицирована экспериментально [6] в условиях срыва роста Fz-Si (термоудар). В других случаях структура недиссоциированной 60° дислокаций экспериментально пока не установлена.

В докладе с использованием высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРЭМ), включающей анализ геометрических фаз и построение карт распределения напряжений в ядре дислокации [8], представлен анализ атомной структуры ядра скользящих недиссоциированных 60° дислокаций в объемном Fz-Si, введенных термическим ударом, и возникающих при релаксации напряженных $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}/\text{Si}(001)$ гетероструктур. В обоих случаях показана их идентичность и соответствие S1 типу дислокации. Восьмизвенное ядро такой дислокации содержит атом с одной оборванной связью и характеризуется выраженной асимметрией поля деформаций относительно

плоскости (001), связанной с локализацией в ядре двух различных экстраплоскостей (001) и (111) (Рис.1). При встрече двух S1 дислокаций, скользящих в пересекающихся плоскостях {111}, когда происходит образование дислокации Ломера, экстраплоскости {001} «сшиваются» и в ее ядре остаются две экстраплоскости {111} от двух S1 дислокаций, так что деформационное поле относительно плоскости (001) становится симметричным. Поэтому мы полагаем, что карта распределения деформаций в ядре недиссоциированной 60° дислокации с ярко выраженной асимметрией может быть использована для ее идентификации в других алмазоподобных полупроводниках без привлечения сложного ВРЭМ анализа (моделирование структуры ядра и расчет теоретических изображений, релаксация ядра при присоединении междоузельного кластера в условиях *in situ* ВРЭМ облучения), продемонстрированного нами в [6].

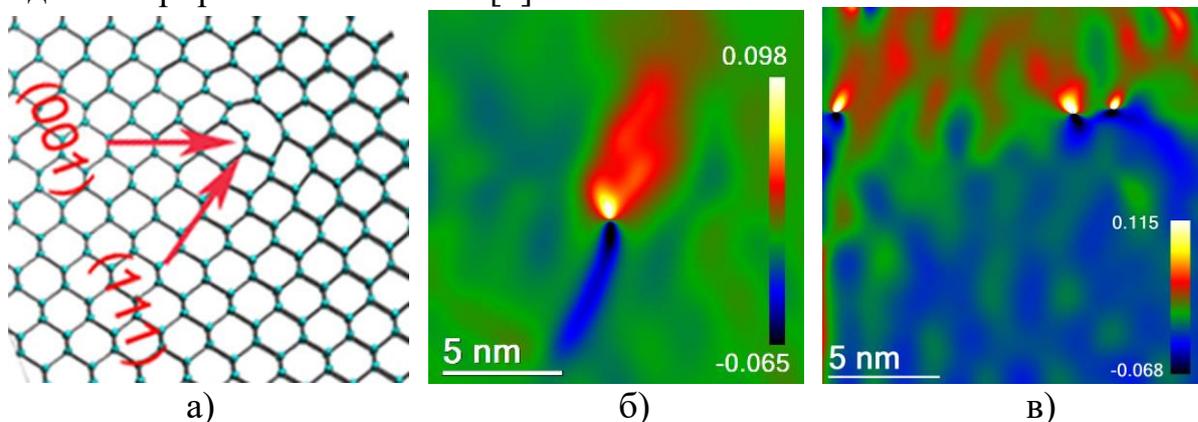


Рис.1 Модель структуры ядра 60° дислокации (а) и карты распределений деформаций в ее ядре в Si при термоударе (б) и гетерогранице $Si_xGe_{1-x}/Si(001)$ (в).

Автор выражает благодарность А.К. Гутаковскому за помощь в проведении анализа геометрических фаз для построения карт деформационных полей ядра дислокаций. Данная работа была поддержана РФФ (№19-72-30023).

Список литературы:

- [1] T. Okuno and H. Saka J Mater. Sci. **48**, 115 (2013).
- [2] Y. B. Bolkhovityanov, et al., Phil. Mag. Lett., **96**, 361 (2016).
- [3] S. Izumi, et al., Phil. Mag. Lett. **90**, 707 (2010).
- [4] J. Rabier, et al., Phys. Stat. Sol.(c) **10**, 11(2013).
- [5] C.W. Zhao et al., Appl Phys A **105**, 207 (2011).
- [6] L.I. Fedina, A.K. Gutakovskii, and T.S. Shamirzaev, JAP **124**, 053106 (2018).
- [7] L. Pizzagalli, J. Godet, S. Brochard, Phys. Rev. Lett. **103**, 065505 (2009)
- [8] A. K. Gutakovskii, A. L. Chuvilin, and S. A. Song, Bull. Russian Acad. Sci.: Phys. **71**, 1426 (2007).
- [9] V. Eremenko, E. Yakimov, and N. Abrosimov Phys. Stat. Sol. (c) **4**, 3100 (2007).

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

Лоренцева просвечивающая электронная микроскопия киральных текстур в многослойных плёнках Co/Pt

Татарский Д.А.^{1,2}, Петров Ю.В.³, Гусев Н.С.¹, Чувилин А.Л.⁴, Гусев С.А.¹

¹Институт физики микроструктуры РАН, Нижний Новгород, 603950, ГСП-105, Россия

²Лобачевский университет, пр. Гагарина, 23, Нижний Новгород, 603950, Россия

³Санкт-петербургский государственный университет, Университетская наб., 13В,
Санкт-Петербург, 199034, Россия

⁴CIC nanoGUNE, Tolosa Hiribidea, 76, San Sebastian, E-20018, Spain
e-mail: tatarsky@ipmras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.13.78.006

В системах без центра инверсии, типа плёнок с интерфейсами ферромагнетик-металл, возможно возникновение дополнительного антисимметричного обменного взаимодействия – поверхностно-индуцированного взаимодействия Дзялошинского-Мория (пВДМ). Данное взаимодействие стабилизирует неелевские монокиральные доменные стенки и, в некоторых случаях, неелевские изолированные скирмионы в тонких многослойных плёнках со слоями кобальта. В таких плёнках используется три материала: кобальт, платина и какой-либо другой металл с сильным спин-орбитальным взаимодействием (палладий, иридий, вольфрам, рутений и др.). Благодаря этому, пВДМ на разных интерфейсах даёт одинаковый вклад и в целом во всей плёнке пВДМ усиливается. Представляется, что в случае симметричных интерфейсов, например, Co-on-Pt и Pt-on-Co пВДМ на каждой границе компенсируются и суммарное взаимодействие будет равняться нулю.

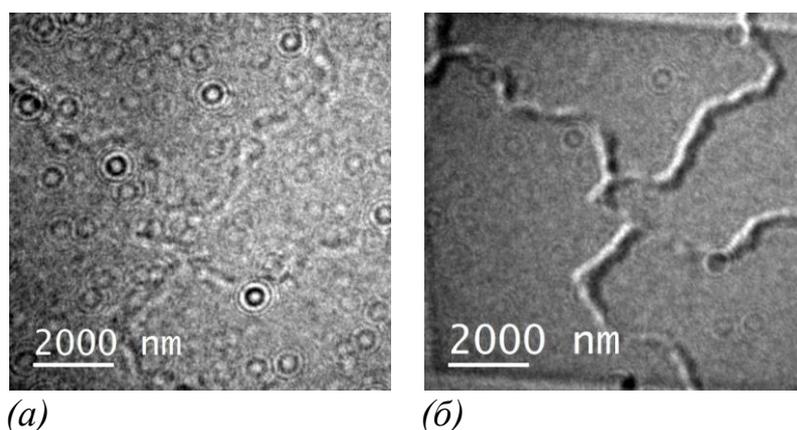


Рис. 1. (а), (б) Френелевский контраст пересечения 360° доменных стенок без наклона образца и с наклоном.

В нашей работе мы исследовали многослойные структуры Co/Pt, полученные магнетронным распылением. На подложках монокристаллического кремния (100) и аморфного нитрида кремния толщиной 30 нм методом магнетронного распыления получены многослойные структуры Ta(10 нм)/Pt(10 нм)/[Co(0.5 нм)/Pt(1.0 нм)] \times 5/Pt(2 нм). Облучение полученных многослойных

структур сфокусированным пучком ионов гелия He^+ с энергией 30 кэВ проводилось с помощью гелиевого сканирующего ионного микроскопа Carl Zeiss ORION, оборудованного системой литографии Nanomaker. При этом облучались решётки кругов различных доз, диаметров и периодов. Исследования кристаллической структуры и магнитных распределений проводилось на просвечивающих микроскопах Carl Zeiss LIBRA 200MC и FEI TITAN 80-300 с коррекцией сферических aberrаций. Данные лоренцевой микроскопии однозначно свидетельствуют, что в исходной плёнке достаточно сильное пВДМ, которые стабилизирует неелевские доменные стенки. На рис.1 приведены результаты измерений 360° доменных стенок. Из этого следует вывод, что, в силу разницы интерфейсов Co-on-Pt и Pt-on-Co, обусловленных магнетронным распылением, в таких многослойных плёнках присутствует пВДМ. Очевидно, что в случае эпитаксиального роста в таких плёнках пВДМ отсутствует.

Облучение острофокусированными пучками ионов гелия приводит к локальному перемешиванию материалов и изменению материальных параметров. Облучённая область является центром пиннинга цилиндрического магнитного домена (скирмиона). Наиболее интересные особенности магнетизма демонстрируют области, облучённые потоком ионов $\sim 2 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$. В этом случае, наблюдалась сильная зависимость типа распределения намагниченности от диаметра облучённой области. Если диаметр не превышал 300 нм, на модифицированной области пиннинговался неелевский скирмион. Если же диаметр превышал это значение, то контраст соответствовал гибриднему скирмиону. Эксперимент хорошо согласуется с данными по микромагнитному моделированию.

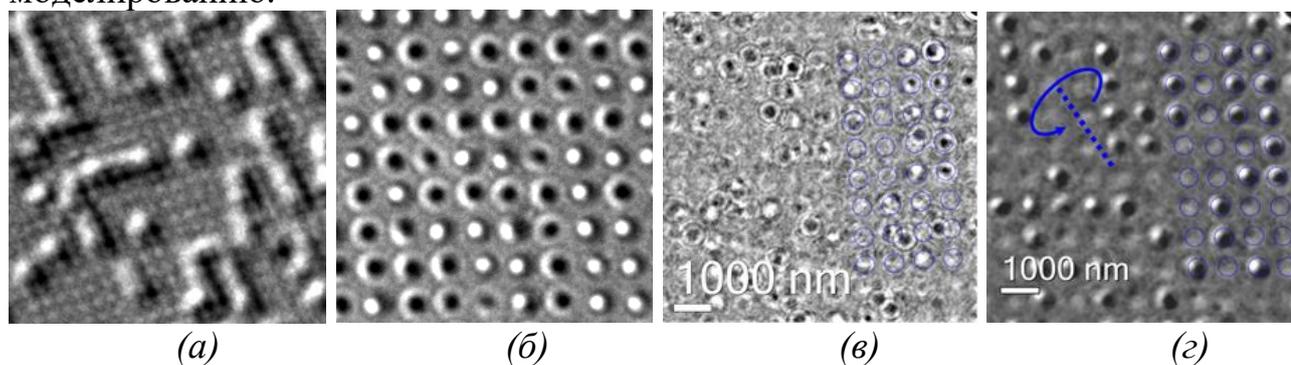


Рисунок 2. Френелевский контраст. (а) диаметр облучения 200 нм, флюэнс $2 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$, наклон 30 град; (б) диаметр облучения 400 нм, флюэнс $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$; (в) и (г) диаметр облучения 400 нм, флюэнс $2 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$, углы наклона 0° и 30° .

Данная работа была выполнена при поддержке проектов РФФИ №18-02-00827 и №18-32-20036. Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ и ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур» ИФМ РАН.

Усовершенствованный метод визуализации 3D топографии микроструктур в сканирующей электронной микроскопии

Зайцев С.В. , Караулов В.Ю. , Рау Э.И.

Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия
rau@phys.msu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.98.007

Предложен усовершенствованный метод трехмерной (3D) реконструкции и визуализации поверхностного рельефа микроструктур в сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Новая детекторная система отраженных электронов (ОЭ) повышает в разы градиентную чувствительность, контраст и отношение сигнала к шуму. Детекторная система, отображенная на рис.1 состоит из 8 кремниевых пластин (pin-переходы), расположенных симметрично относительно оптической оси Z СЭМ. Детекторные пластины A_i, B_i, C_i, D_i имеют определенные размеры и углы наклона по осям X и Y, чтобы сохранить равный телесный угол Ω сбора ОЭ [1,2]. На рис.1 обозначены: O-образец с полусферическим элементом топографии, I_0 –электронный зонд, H – рабочее расстояние, α – угол наклона поверхности, θ – углы выхода ОЭ. Контраст C вычисляется по соотношению сигналов I_i : $I_0 = (I_A - I_B) / (I_A + I_B) = C_1 \sin \alpha$; $C = (I_{01} - I_{02}) / (I_{01} + I_{02})$, $\tan \alpha = \Delta h / \Delta x$, где $I_{A,B}$ –сигналы с отдельных детекторов, $I_{01} - I_{02}$ –сигналы I_0 в соседних точках сканирования x_1 и x_2 , $\Delta h / \Delta x$ –градиент локального наклона поверхности. Калибровка всего устройства проводилась на тестовом образце-шарике из Ti диаметром 250 мкм. По разработанному алгоритму обработки экспериментальных снимков проводилась компьютерная реконструкция 3D изображений с помощью специального пакета программ [3]. При этом учитывалась аппаратная функция полупроводникового детектора. На рис.2 и рис.3 приводятся демонстрационные снимки исходных (а) и реконструированных (б) 3D изображений. Результаты экспериментальной реализации метода и 8-канального детекторного устройства демонстрируют, что предлагаемое решение 3D реконструкции топографического рельефа поверхности микроструктур в СЭМ в режиме отраженных электронов эффективен, точен и не требует больших затрат времени на обработку изображений. Метод и устройство позволяют уменьшить дозовую нагрузку на образец за счет уменьшения тока зонда и энергии облучающих электронов, что важно при исследовании радиационно-чувствительных образцов, например, биологических тканей.

Авторы признательны сотрудникам кафедры математики физического факультета МГУ А.Г.Яголе, Н.А.Кошеву, Д.В. Лукьяненко, А.А.Борзунову за помощь в математическом обеспечении работы

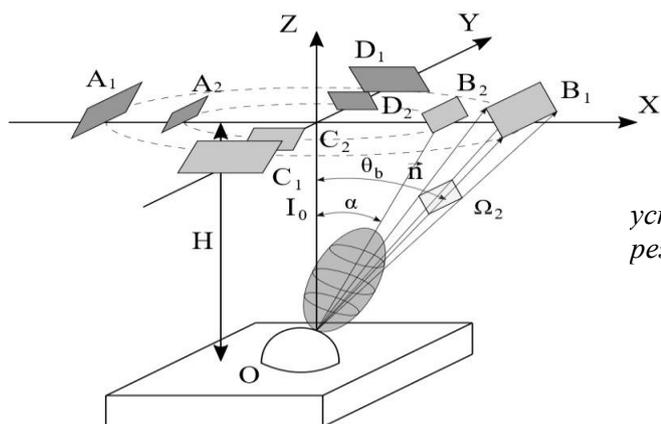
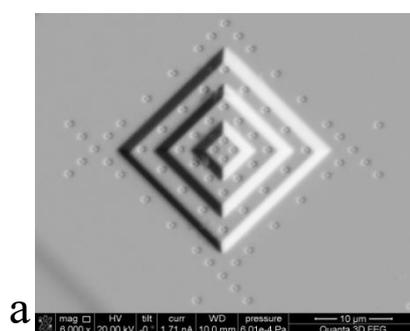


Рис.1 Схема детекторного устройства для 3Dтопографии в режиме ОЭ.



б

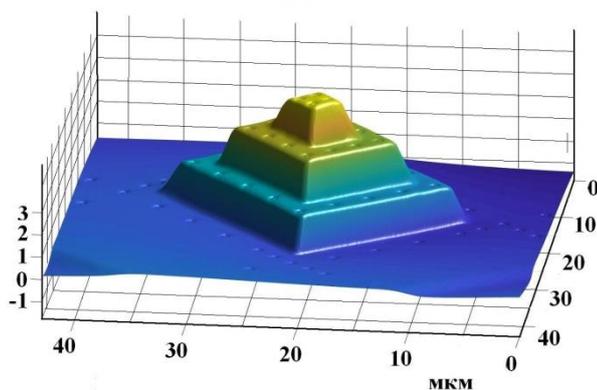
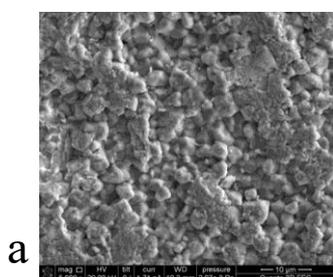


Рис.2. Изображение пирамиды: а- исходное, б- восстановленное



б

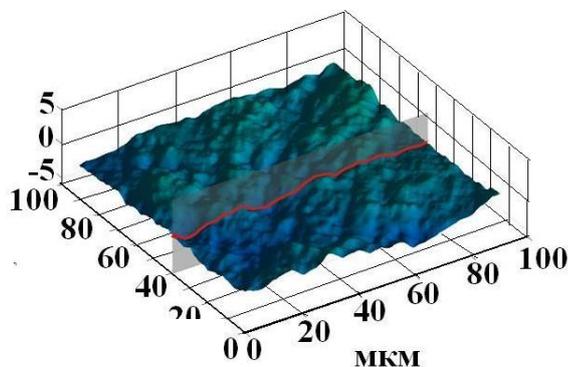


Рис.3 Изображение пьезокерамики: а-исходное, б-восстановленное

Список литературы

- [1] Забродский В.В., Караулов В.Ю., Рау Э.И. и др. *Известия РАН Сер. физическая* т.83, № 11 с: 1488-1496, (2019)
- [2] Rau E.I., Karaulov V. Yu, Zaitsev S.V. *Review of Scientific Instruments*, V. 90, № 2, p. 023701, (2019)
- [3] Rau E.I., Yagola A.G., Lukyanenko D.V., и др. *Ultramicroscopy*, V.207, p. 112830, (2019)

Электронная дифракционная микро-томография. Современное состояние и перспективы развития

Чуховский Ф.Н., Конарев П.В., Бондаренко В.И.

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, 119333, Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

e-mail: f_chukhov@yahoo.ca

DOI: 10.37795/RCEM.2020.68.82.008

Трансмиссионная электронная микроскопия (ТЭМ) является эффективным инструментом исследования и анализа реальной структуры кристаллической решетки. Соответственно, экспериментальные ТЭМ данные позволяют провести цифровую обработку 2D изображений как точечных, так и линейных дефектов, в частности, дефектов упаковки, отдельных кластеров межузельного и вакансионного типов и дислокаций.

Все эти дефекты приводят к изменению положений рассеивающих атомов, образующих кристаллическую решетку, относительно их правильного положения в кристалле. Физический анализ экспериментальных ТЭМ 2D-изображений дефектов содержит в своем основании их компьютерное моделирование с использованием численного решения двухволновых динамических уравнений Хови-Уэлана [1].

В последние годы техника ТЭМ получила развитие в рамках общей идеи электронной томографии для получения 3D изображений наноразмерных/субмикроразмерных структур с атомным разрешением. При этом, в случае кристаллических объектов наблюдаемый дифракционный контраст дефектов не позволяет напрямую использовать известные в литературе компьютерные алгоритмы, разработанные применительно к абсолюционной компьютерной томографии микрообъектов [2].

В основе метода трансмиссионной электронной дифракционной томографии (ТЭДТ) лежит идея прямого определения пространственного положения микродефектов в кристалле, а также, что более важно, прямой компьютерной реконструкции 3D распределений поля смещений вокруг микродефектов в кристаллах по набору их 2D дифракционных изображений.

В условиях ТЭДТ техники кристалл-образец поворачивается вокруг оси, перпендикулярной семейству отражающих плоскостей кристалла вокруг вектора дифракции \mathbf{g} . Соответственно, получается набор ТЭДТ 2D-дифракционных изображений при разных значениях соответствующего угла поворота Φ , причем, каждое 2D-изображение $|\phi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})|^2$ отвечает разным ориентациям плоскости дифракционного рассеяния по отношению к "собственной" системе координат исследуемого кристалла.

Именно, возможность компьютерной 3D реконструкции поля статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$ вокруг единичного дефекта, а тем самым локальных полей деформаций (напряжений) вокруг дефектов в кристаллических структурах определяет значительный интерес, связанный с применением метода ТЭДТ.

В настоящем докладе, обсуждаются теоретические и экспериментальные основы метода ТЭДТ, современное состояние и перспективы его развития.

Особое внимание уделяется обсуждению теоретических основ метода ТЭДТ, построению теоретической модели компьютерной 3D реконструкции поля упругих статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$ вокруг дефекта (\mathbf{r}_0 - радиус-вектор определяет положение дефекта в кристалле) по эталонным 2D данным изображений дефектов с использованием итеративных компьютерных алгоритмов, в частности, алгоритмов симулированного отжига и градиентного спуска [3].

На примерах точечного дефекта кулоновского типа и винтовой дислокации, особое внимание уделяется решению проблемы фильтрации зашумленных дифракционных 2D-изображений в качестве набора исходных данных для 3D компьютерной реконструкции полей смещений дефектов в кристалле в рамках метода ТЭДТ [4-5].

Список литературы:

- [1] P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M. J. Whelan. *Electron microscopy of thin crystals*. London. Butterworths, 549 pp. (1965).
- [2] Sir William Dunn, Errin Johnson. *Micron Advanced Microscopy Course 2014: Biological Electron Microscopy*. University of OXFORD, 1-33 (2014).
- [3] F. N. Chukhovskii, P. V. Konarev & V. V. Volkov. *Scientific Reports*, **9**, Article number: 14216, 1-8 (2019).
- [4] K. He, X. Tang. *Proc. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, **35**, 1397-1409 (2013).
- [5] G. Nagajyothi, E. Raghuvveera. *International Journal Advanced Research in Electronics and Communication Engineering*, **5**, 2362-2365 (2016).

Прецизионные измерения в электронной дифрактометрии

Кулыгин А.К., Авилов А.С.

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова
ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия
e-mail: kuligin57@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.54.58.009

Электронная дифрактометрия [8, 9] – один из основных методов получения экспериментальной информации о структуре и свойствах кристаллов. В ряде случаев это единственная возможность «обойти» фундаментальные и/или технические ограничения, присущие прочим методам.

Долгое время (несколько десятилетий) для регистрации электронограмм использовались обычные фотопластинки. С развитием технических возможностей стал актуальным вопрос об усовершенствовании имеющихся и создании новых методик регистрации электронограмм. Здесь можно выделить по крайней мере два основных подхода:

1) Двумерная регистрация (вместо устаревшей фотопластинки) – создание различных устройств для накопления сигнала и последующего оффлайн-считывания (типа ImagePlate) или же для онлайн-регистрации (матричные детекторы на различных физических принципах)

2) Создание сканирующих систем, в которых позиционирование дифракционной картины осуществляется магнитным полем на неподвижный точечный детектор.

Вариант (1) в ряде случаев может оказаться предпочтительным (например, когда не требуется высокая точность и/или когда необходима одномоментная регистрация дифракционной картины от быстропротекающего процесса). Но разрешающая способность в этом случае ограничена параметрами физической среды, на которой регистрируется дифракционная картина (размерами пиксела матрицы детектора, зернистостью пластины типа ImagePlate).

Вариант (2), рассматриваемый в настоящем докладе, таким недостатком не обладает. Координаты дифракционной картины определяются магнитным полем отклоняющих катушек, то есть протекающим через эти две катушки (отклонение по координатам X и Y) токами. Такие токи технически можно задать с большой точностью и ещё с большей точностью измерить. Зависимость тока в катушке индуктивности от времени по физическим причинам является непрерывной, что даёт возможность просканировать весь угловой диапазон дифракционной картины без разрывов, последовательно задавая на катушках дискретные значения токов и получая в результате непрерывную диапазон за счёт переходных процессов.

Для задания токов в катушках использована стандартная схема из ЦАП и преобразователя напряжения в ток на операционном усилителе (применена

микросхема, разработанная для управления током в обмотках электродвигателя).

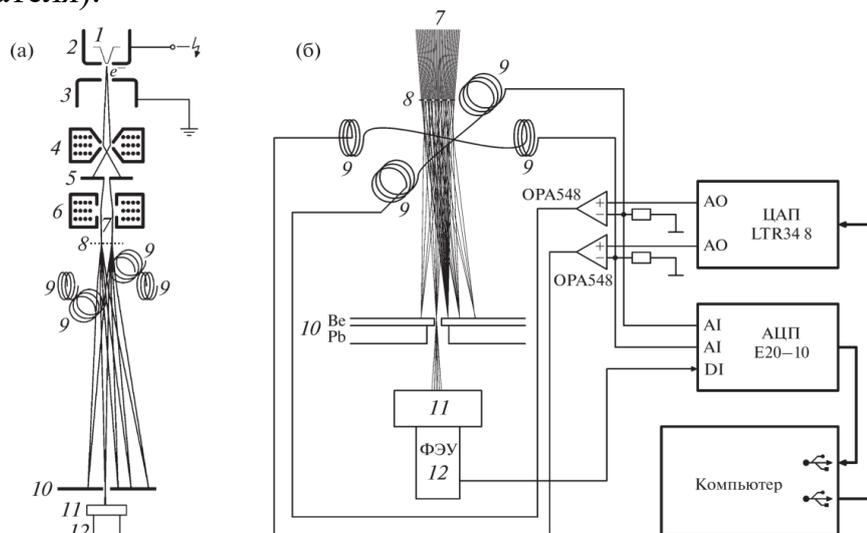


Рис. 1. Упрощённая (в соответствии с [1]) схема электронного дифрактометра (а) и его регистрирующая часть (б): 1 – катод электронной пушки, 2 – цилиндр Венельта, 3 – анод, 4 – зондообразующий конденсор, 5 – диафрагма, 6 – фокусирующая линза, 7 – сфокусированный пучок электронов, 8 – образец, 9 – отклоняющие катушки X и Y, 10 – диафрагма, 11 – сцинтиллятор, 12 – ФЭУ.

Задача синхронной регистрации токов в отклоняющих катушках и дискретных сигналов ФЭУ решена с использованием АЦП L-CARD E20-10. Это устройство было модифицировано: добавлена возможность использовать цифровые входы синхронизации не по назначению, а для синхронной регистрации подаваемых на них сигналов ФЭУ. Регистрация осуществляется с частотой 2,5 МГц (отклонение X), 2,5 МГц (отклонение Y) и 60 МГц (ФЭУ). Такие параметры не являются «узким местом», более существенна в данном случае малая интенсивность слабых дальних рефлексов, что не позволяет набрать достаточную статистику по координатам.

Рассмотренная система может использоваться как самостоятельно, так и в качестве прототипа с сохранением принципа работы, но использованием более совершенных ЦАП, АЦП и детектора. Авторы ведут работу в этом направлении.

Данная система регистрации может применяться не только в электронных дифрактометрах, но и в просвечивающих электронных микроскопах, обладающих возможностью сканирования дифракционной картины в двух взаимно-перпендикулярных направлениях.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

- [1] А.К. Кулыгин, К.В. Кулыгин, А.С. Авилов *Кристаллография*, 2020. Т. 65. No 2. С. 325.

Прототип растрового электронного микроскопа МС30: первые результаты

Казьмирук В.В.¹, Курганов И.Г.¹, Савицкая Т.Н.¹, Бородин А.В.²

¹ФГБУН ИПТМ РАН

²ФГУП ЭЗАН

e-mail: kurganov@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.69.24.010

Осенью 2019 года в сборочном цеху Экспериментального завода научного приборостроения в Черноголовке был собран прототип специализированного растрового электронного микроскопа для измерения размеров и контроля микроэлектронных структур. Микроскоп был разработан совместными усилиями ИПТМ РАН и ФГУП ЭЗАН [1]. В настоящем докладе представлены первые результаты тестирования и испытания нового прибора.

Схема микроскопа и его режимы работы были описаны в работе [2]. Общий вид опытного образца РЭМ, содержащего каркас со смонтированной колонной и вакуумной системой, управляющую ПЭВМ и шкаф с электронной аппаратурой, показан на рисунке 1.

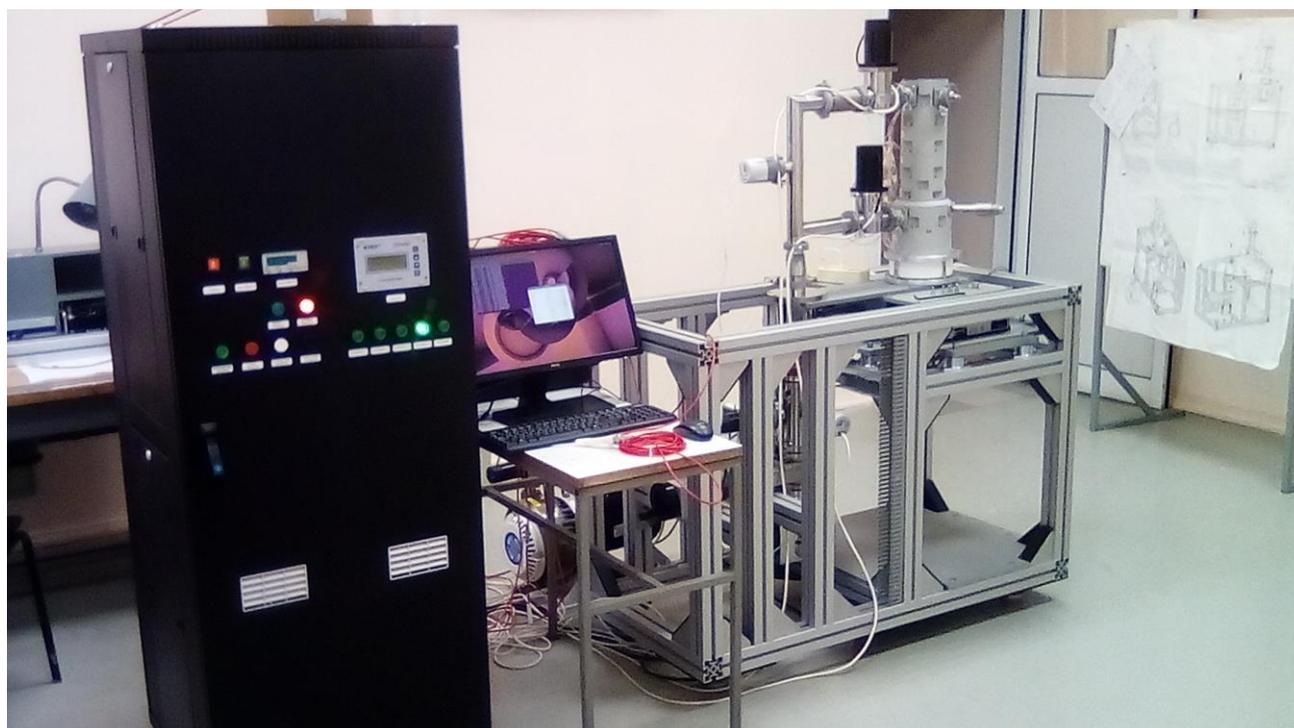


Рисунок 1. Общий вид опытного образца РЭМ МС30

По результатам испытаний, проведенных как с системой управления электронным пучком отдельно, так и со всем прибором в целом, были выявлены недостатки технического проектирования электронно-оптической системы. Был

составлен перечень требуемых изменений в конструкцию микроскопа. При этом показана работоспособность всех магнитных линз и катодного узла и соответствие их параметров расчетам и техническому заданию. Также определены дополнительные требования к системе управления электронным пучком для обеспечения режимов работы РЭМ с энергией пучка в единицы эВ.

Список литературы:

- [1] В.В. Казмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая, А.В.Бородин, А.В. Веретенников, М.Н. Кузьмин, *II-я Всероссийская научно-практическая конференция «Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития»*, 4 – 7 июня, Казань, Россия, 130 (2018).
- [2] V.V. Kazmiruk, I.G. Kurganov, A.A. Podkopaev et al, *J. Synch. Investig*, **13**, 594–599 (2019).

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

Микроструктурный анализ сверхпроводящих лент второго поколения на основе (Re)BCO с искусственными центрами пиннинга различной природы

Овчаров А.В.¹, Суворова Е.И.², Каратеев И.А.¹, Дегтяренко П.Н.^{3,4}, Чепилов В.Н.^{3,5},
Кауль А.Р.^{3,5}, Васильев А.Л.^{1,2,6}

¹ НИЦ «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия

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

³ ЗАО СуперОкс, 117246, Москва, Россия

⁴ Объединённый институт высоких температур РАН, 125412, Москва, Россия

⁵ МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Россия

⁶ Московский физико-технический институт, 141701, Московская обл., Долгопрудный, Россия
e-mail: Ovcharov.91@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.64.36.011

В настоящее время сверхпроводящие ленты второго поколения на основе $ReBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($Re123$), где Re – редкоземельный элемент (Y, Eu, Gd, Nd), активно используются в модернизации мировой сети линий электропередач, компактных устройствах неинвазивной диагностики для медицины, а также в создании индукционных нагревателей, мощных малогабаритных двигателей и др. Для успешного использования устройств на основе высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) во внешних магнитных полях необходимо обеспечить закрепление вихрей Абрикосова на системе несверхпроводящих дефектов - центров пиннинга. Центры пиннинга можно разделить на два типа: естественные, возникающие спонтанно в процессе роста пленок, и искусственные (ИЦП), которые специально вводятся во время ростового процесса, либо формируются в готовых ВТСП лентах. В частности, к ИЦП относятся радиационные повреждения, возникающие под действием быстрых ионов или нейтронов, а также введение добавок на основе перовскитных соединений, таких как $BaSnO_3$ (BSO) и $BaZrO_3$ (BZO) [1].

В настоящей работе представлены результаты исследования микроструктуры сверхпроводящих лент на основе $Gd123$ с ИЦП BSO/BZO, полученных с различными скоростями роста (375, 560 и 750 нм/мин) и различными концентрациями допирующих примесей (0, 6, 12 и 18 мольных процентов) [2-3], а также влияния облучения коммерческой ВТСП ленты на основе Y123 ионами ^{131}Xe с флюенсами 10^{11} или $5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ и энергиями 167, 77 и 46 МэВ методами электронной микроскопии [4-5].

Исследования показали, что в образцах, допированных перовскитами, в слое сверхпроводника образуются тонкие нанокolonны, представляющие собой включения BSO/BZO в сверхпроводящую матрицу (Рис. 1-а). Показана зависимость плотности нанокolonн и их диаметров от параметров роста. Также

был интерпретирован образующийся небольшой наклон наноколонн относительно матрицы.

При облучении ионами ^{131}Xe с энергиями в интервале 167 – 46 МэВ в слое сверхпроводника образуются радиационные дефекты с аморфной структурой – ионные треки, их средний диаметр составляет 5 нм (Рис. 1-б). Количественный микроанализ и спектроскопия характеристических потерь показали, что внутри образующихся треков происходит уменьшение концентраций Y, Ba, Cu и O и падение значения плотности материала по сравнению с матрицей Y123. Установлен верхний предел минимальной электронной тормозной способности ионов для создания радиационных дефектных областей в Y123.

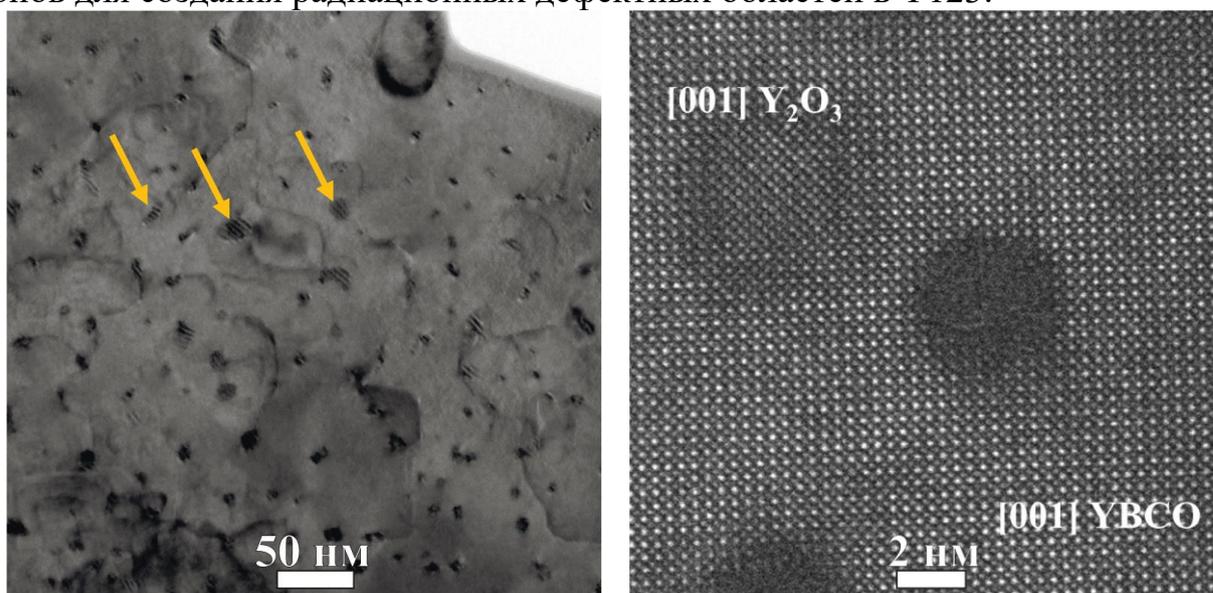


Рис.1. а (слева) ПЭМ изображение планарного среза образца Gd123 с ИЦП типа BSO; б (справа) Радиационные повреждения (аморфные области) на ВР ПЭМ изображении планарного среза слоя Y123, облучённом ионами ^{131}Xe с энергией 46 МэВ

Список литературы:

- [1] V. Chepikov, N. Mineev, P. Degtyarenko et al., *Superconductor Science & Technology*, **30**, 124001 (2017).
- [2] A. Ovcharov, P. Degtyarenko, V. Chepikov et al., *Scientific Reports*, **9**, 15235 (2019).
- [3] P. Degtyarenko, S. Gavrilkin, A. Tsvetkov et al., *Superconductor Science & Technology*, **33**, 045003 (2020)
- [4] E. Suvorova, O. Uvarov, A. Ovcharov et al., *Philosophical Magazine*, **98**, 3127-3142 (2018).
- [5] E. Suvorova, P. Degtyarenko, I. Karateev et al., *Journal of Applied Physics*, **126**, 145106 (2019).

Атомарная структура эпитаксиальных слоев гексагонального нитрида бора на однослойном и двухслойном графене на SiC подложке

Приходько А.С.¹, Боргардт Н.И.¹, Heilmann M.², Lopes J.-M. J.².

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

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

DOI: 10.37795/RCEM.2020.99.49.012

Гексагональный нитрид бора (h-BN), который структурно аналогичен графену, благодаря своим свойствам является привлекательным материалом для оптоэлектроники, а его комбинирование с другими двумерными материалами открывает возможности для создания атомарно-тонких транзисторов [1]. На сегодняшний день усилия научных коллективов в этой области направлены на изучение закономерностей роста h-BN на графене, знание которых необходимо для интеграции этих материалов в технологию.

В настоящей работе методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРЭМ) изучались особенности атомарного строения эпитаксиально выращенных слоев h-BN на однослойном (SLG) и двухслойном (BLG) графене, предварительно сформированном на вицинальной подложке 6H-SiC. Исследования проводились в просвечивающем электронном микроскопе FEI Titan Themis 200. Подготовка тонких фольг осуществлялась в растровом электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650.

Первоначально слои графена формировались на подложке с атомарными ступенями 6H-SiC(0001) путем сублимации атомов кремния при температуре 1600 °С. При этом рядом со ступенями формировался BLG, а на террасах между ними SLG [2]. Затем методом молекулярно-пучковой эпитаксии на графене выращивался h-BN при температуре 850 °С. Изображение поверхности, полученное методом растровой сканирующей электронной микроскопии (РЭМ) при ускоряющем напряжении 1 кВ, представлено на рис. 1а. На нем визуализируются участки со светлым и темным контрастом, которые соответствуют гетероструктурам h-BN/SLG и h-BN/BLG соответственно [2].

Для электронно-микроскопических исследований гетероструктур h-BN/SLG и h-BN/BLG приготавливался образец поперечного сечения. Сопоставление данных методов РЭМ и ВРЭМ, необходимое для идентификации h-BN на SLG и BLG на ВРЭМ-изображениях, осуществлялось путем формирования специального маркера. Для создания этого маркера на поверхности сначала осаждался защитный слой платины электронным зондом (Pt-e), а затем, с небольшим перекрытием ионным пучком (Pt-i), как показано на рис. 1б. На стыке слоев Pt-e и Pt-i происходил растрав приповерхностного слоя, который и выполнял роль маркера. Его положение показано стрелкой на Рис. 1а и

16. Он хорошо визуализировался во время ВРЭМ эксперимента, что позволило сопоставить РЭМ- и ВРЭМ-изображения друг с другом.

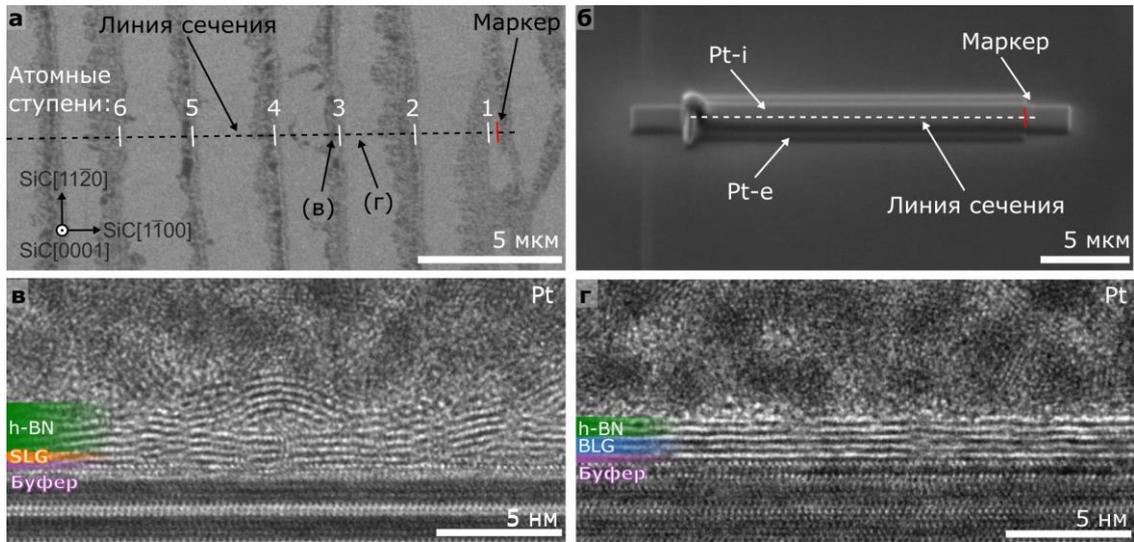


Рис.1. РЭМ-изображение поверхности образца (а), на котором светлые участки соответствуют гетероструктуре *h*-BN/SLG, темные *h*-BN/BLG. На рис. (б) проиллюстрирован защитный слой Pt с подготовленным маркером. Атомарная структура *h*-BN/SLG и *h*-BN/BLG показаны на ВРЭМ-изображениях (в) и (г).

В результате исследований получено 180 ВРЭМ-изображений, которые соединялись между собой и соотносились с РЭМ-изображением. Это позволило выявить особенности атомарного строения гетероструктур *h*-BN/SLG и *h*-BN/BLG. Показано, что на SLG формируется примерно 5-7 изогнутых слоев *h*-BN, как показано на Рис. 1в, в то время как на BLG вырастает 2-3 гладкие плоскости *h*-BN (Рис. 1г). Совершенная структура *h*-BN на BLG обусловлена тем, что верхний слой графена экранирует влияние гофрированного буферного слоя, возникающего между подложкой *6H*-SiC и графеном. В то время как в случае формирования *h*-BN на SLG экранирующего эффекта от одного слоя графена не достаточно. Поэтому SLG является напряженным и деформированным, что способствует более интенсивному росту изогнутых слоев *h*-BN.

Таким образом, благодаря примененной процедуре приготовления образца и сопоставлению данных РЭМ и ВРЭМ установлено, что скорость роста *h*-BN на SLG выше, чем на BLG. При этом на SLG слои *h*-BN изогнуты, а на BLG они ровные.

Список литературы:

- [1] Yankowitz M., Ma Q., Jarillo-Herrero P., и др., *Nat. Rev. Phys.*, **1**, 112–125 (2019).
- [2] Heilmann M., Prikhodko A., и др., *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **12**, 8897–8907 (2020).

Влияние термической обработки на морфологию Pt/УНВ

Суфиянова А.Э.¹, Жигалина О.М.¹, Басу В.Г.¹, Пономарев И.И.², Скупов К.М.²,
Пономарев И.И.², Разоренов Д.Ю.²

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

²Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия
e-mail: sufyanova.alena@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.42.87.013

Водородные топливные элементы (ТЭ) с протонообменной мембраной являются довольно перспективными среди других типов ТЭ. Дальнейшее развитие ТЭ зависит от поиска новых функциональных более долговечных материалов для мембранно-электродного блока [1]. Электроспиннинговые нановолокнистые материалы, например, углеродные нановолокна (УНВ) с нанесённым Pt электрокатализатором могут быть использованы в качестве электродов. Однако необходимо дальнейшее исследование, поскольку производительность топливного элемента значительно зависит от режимов нанесения Pt и последующей термообработки, что сильно влияет на морфологию Pt частиц. Разная морфология Pt/УНВ определяет площадь электрохимически активной поверхности Pt (ЭХАП). Поэтому нашей целью является изучение методами электронной микроскопии влияния параметров осаждения Pt и последующей термической обработки на морфологию Pt/УНВ.

Исследование структуры Pt/УНВ проводилось методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (ПРЭМ) и элементного картирования EDX на микроскопе FEI Tecnai Osiris при 200 кв. УНВ были получены методом электроспиннинга из полиакрилонитрила (ПАН) с последующим отжигом при 900-1200°C, далее следовал процесс платинирования и термообработка. Платинирование проводили двумя способами: выдержка в гексахлороплатиновой кислоте $H_2[PtCl_6]$ с добавлением восстановителя муравьиной кислоты (НСООН) сразу (образцы 1-4) и через 24 часа (образцы 5-8).

В образце 1 (обработка при 100°C) частицы платины имеют игольчатую форму диаметром до 5 нм и длиной до 25 нм и располагаются в основном в поверхностном слое волокон. Также наблюдаются сферические частицы размером несколько нм в небольшом количестве. Во втором образце (обработка при 300°C) ЭХАП Pt уменьшилась, вероятно, из-за некоторой деградации наночастиц, в то же время морфология частиц существенно не изменилась.

Дальнейшая обработка при 500°C (образец 3) приводит к частичному спеканию, но электрохимическая активность увеличилась (максимальная ЭХАП из всех образцов [2]). Это может быть связано с активацией Pt в процессе термообработки. Наблюдается сохранение игольчатой структуры платины (рис.1а) и, одновременно, спекание частиц на поверхности некоторых волокон (рис.1б). Термообработка образца 4 при 500°C в потоке сухого H_2 приводит к

более интенсивному спеканию и снижению ЭХАП с полной потерей игольчатой Pt. Также в этом случае на поверхности волокон образуются огранённые кристаллы размером до 20-30 нм. Некоторые из них имеют равноосную форму, другие ориентированы длинной стороной вдоль оси нановолокна.

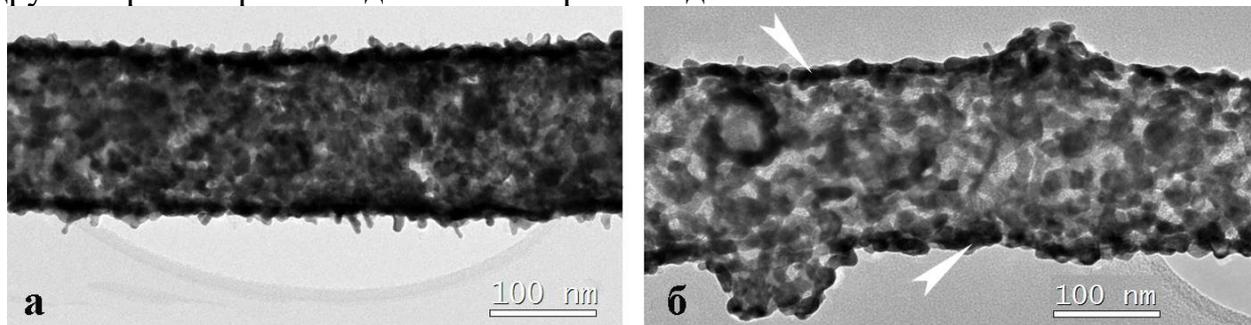


Рис.1. ПЭМ изображения волокон (образец 3): а) игольчатая Pt; б) Pt «корочка»

В образце 5 (обработка при 100 °С) Pt имеет сферическую форму размером около 10 нм, иголки отсутствуют. В течение первых 24 часов раствор $\text{H}_2[\text{PtCl}_6]$ проникал в поры и адсорбировался на поверхности гораздо лучше, когда добавили восстановитель, образовались сферические частицы Pt. Дальнейшая обработка при 300 °С (образец 6) существенно морфологию не меняет. В отличие от образца 3, в образце 7 обработка при 500 °С приводит к снижению ЭХАП. Происходит увеличение частиц Pt и их спекание. Это можно объяснить гораздо меньшей стабильностью сферической Pt наночастиц при обработке. Термическая обработка при 500 °С в потоке H_2 (образец 8) приводит к дальнейшему снижению ЭХАП и более сильной деградации наночастиц Pt.

Размеры и морфологию наночастиц Pt можно задавать путём изменения режимов её восстановления, температуры и среды термообработки. Установлено, что обработка при 500 °С лишь незначительно влияет на морфологию игольчатой Pt и приводит к увеличению ЭХАП в случае, когда HCOOH была добавлена одновременно с $\text{H}_2[\text{PtCl}_6]$. Таким образом, данная обработка является оптимальной для получения катализатора с самой высокой ЭХАП.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части структурных исследований и гранта РФФИ №18-13-00421 в части получения образцов. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

- [1] K. M. Skupov, I. I. Ponomarev, D. Y. Razorenov, V. G. Zhigalina, O. M. Zhigalina, I. I. Ponomarev, Y. A. Volkova, Y. M. Volkovich, V. E. Sosnkin. *Macromolecular Symposia*, 375(1):1600188 (6 pp), 2017.
- [2] I. I. Ponomarev, O. M. Zhigalina, K. M. Skupov, A. D. Modestov, V. G. Basu, A. E. Sufiyanova, I. I. Ponomarev, D. Y. Razorenov. *RSC advances*, 9(47):27406–27418, 2019.

Исследование методами электронной микроскопии монокристаллов TiS_3 с разным удельным сопротивлением.

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

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

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

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

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

DOI: 10.37795/RCEM.2020.65.82.014

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

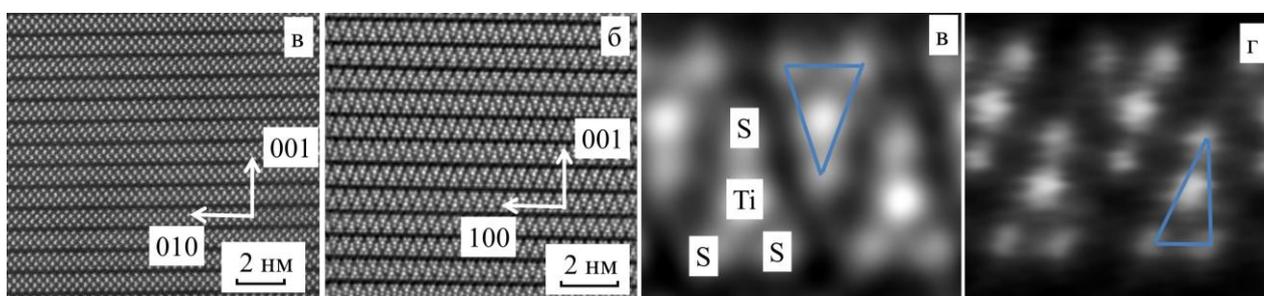


Рис.1. Темнопольное высокоугловое ПРЭМ изображения TiS_3 . а – ось зоны $[100]$, б – ось зоны $[010]$, в – увеличенное изображение А варианта, г – увеличенное изображение В варианта

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

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

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

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

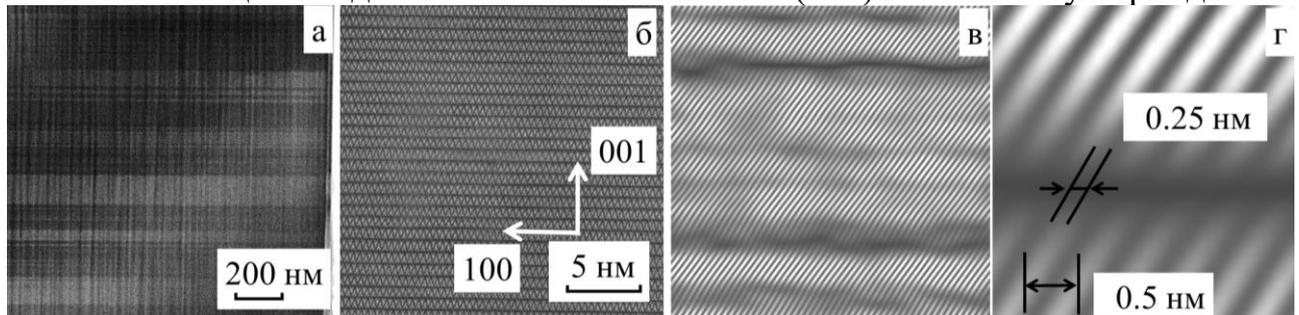


Рис.2. а – светлопольное ПРЭМ изображение, б – ВКД ПРЭМ изображения TiS_3 . в – изображение проекции атомных плоскостей, г – увеличенное изображение (в) в области с двойником

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

Список литературы:

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

Трёхмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов

Модин Е.Б.

CIC Nanogune, 20018, Donostia-San Sebastian, Spain
e-mail: e.modin@nanogune.eu

DOI: 10.37795/RCEM.2020.27.90.015

Большой интерес представляют исследования новых материалов на нано- и микроуровнях, поскольку служебные свойства зависят от многомасштабной структуры. В то же время, существует необходимость «заглянуть внутрь» объекта, исследовать его объем. Современные методы электронной микроскопии позволяют получать такую информацию о трехмерной структуре и элементном составе исследуемого объекта. Представлены недавние результаты исследований различных наноматериалов (анодные мембраны, самоорганизованные структуры из наночастиц, интерфейсы органики с неорганикой, полимерные наночастицы, сплавы типа Inconel), как пример применения методов FIB / SEM-томографии и STEM-томографии для качественной и количественной характеристики.

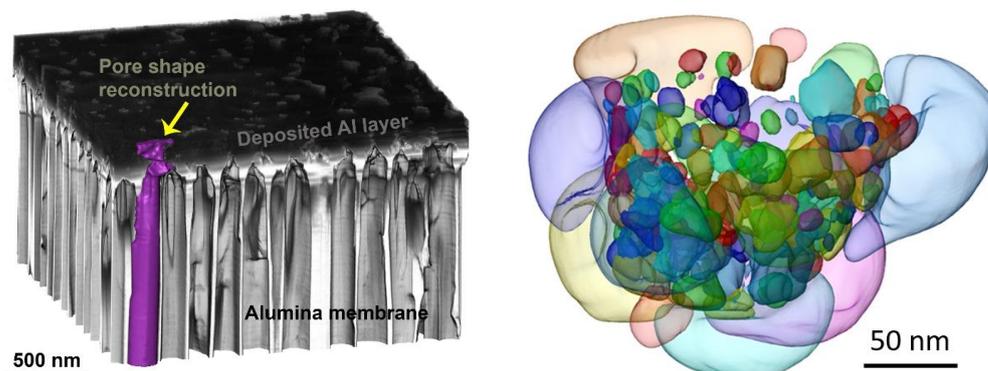


Рис.1. слева) 3D реконструкция нанопористой структуры, на поверхности Al_2O_3 мембраны. Цветная вставка демонстрирует реконструкцию единичной поры, FIB/SEM-томография.; справа) Трёхмерная реконструкция полимерной многофазной наночастицы, STEM-томография.

Список литературы:

- [1] L. Boinovich, E. Modin et al. ACS Appl. Nano Mat. **1**(3), 1348–1359 (2018)
- [2] C. Hamon, E. Modin et al. Nanoscale, **8**(15), 7914–7922 (2016)
- [3] N. Rajabalinia, E. Modin, et al. Macromolecules, **52** (14), 5298-5306 (2019)
- [4] R. Santos, E. Modin et al. Surf. Coat. Tech., **347**, 350-357 (2018)

8 сентября

Приглашённые доклады

Применение методов высокоразрешающей электронной микроскопии, рентгеновской рефлектометрии и наноиндентирования для исследования покрытий и граничных слоев

Лукина Е.А. к.т.н., Гуляев А.И. к.т.н., Журавлева П.Л.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», 105005, г. Москва, ул. Радио, д.17
e-mail: lukinaea@viam.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.92.43.016

Большое внимание в настоящее время уделяется исследованию и разработке композиционных материалов с металлической и неметаллической матрицей. Изучение структуры и фазообразования в подобных материалах требует особых методологических подходов, а граница раздела в данном случае является отдельной структурной составляющей, которая влияет на свойства композита. Как объект для исследования граничный слой требует специфических методических подходов как к пробоподготовке, так и к дальнейшему изучению его строения. Основой в исследовании строения поверхностей раздела в композиционных материалах, а также тонкопленочных покрытий являются локальные высокоразрешающие методы.

В основе метода *рентгеновской рефлектометрии* лежит интерференция рентгеновских лучей при отражении от слоев с различной электронной плотностью [1-3]. Такие характеристики как плотность, толщина пленки и шероховатость границ раздела, затруднительно определить другими методами. Обработка первичных данных, полученных методом *наноиндентирования* позволяет извлечь более двух десятков разнообразных характеристик материалов. Данным методом осуществляют прямое измерение адгезионной прочности. Локальное измерение модуля Юнга на комплексных покрытиях микронной толщины необходимо для расчета остаточных напряжений, действующих в покрытиях.

Просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения (ПЭМВР) является главным средством в исследовании структуры внутренних поверхностей раздела для получения информации непосредственно об их атомном строении [4,5]. Внутренние поверхности раздела в композитных материалах содержат области, отличающиеся от матрицы как структурой так и химическим составом. Для расшифровки изображений высокого разрешения приходится привлекать дополнительные методики, активно используя Фурье-моделирование. Также при исследовании многослойных покрытий ПЭМВР применяется для уточнения физических моделей, на основе

представлений о которых выполняется моделирование рефлектометрических кривых.

В работе приведены примеры исследований композиционных материалов и тонкослойных покрытий на основании методологического подхода включающего применение высокоразрешающей электронной микроскопии, наноиндентирования и рентгеновской рефлектометрии.

Исследование углеродных волокон и углепластиков включало изучение кристаллической структуры волокон интегральными и локальными дифракционными методами, определение прочности адгезионной связи «волокно-матрица» с применением наноиндентирования, а также анализ морфологии поверхности волокон и строения изломов методом растровой электронной микроскопии. Представлены результаты исследования структуры многослойных покрытий, нанесенных на стеклянные подложки реактивным магнетронным распылением металлических мишеней, методом рентгеновской рефлектометрии, ПЭМВР и атомно-силовой микроскопии.

- [1] P.F. Fewster X-ray analysis of thin films and multilayers // Rep. Prog.Phys. 1996. V.59, N 11, P. 1339-1407 / DOI: 10.1088/0034-4885/59/11/001.
- [2] Щербина М.А., Чвалун С.Н., Пономаренко С.А., Ковальчук М.В. Современные подходы к исследованию тонких пленок и монослоев: рентгеновская рефлектометрия, рассеяние в скользящих углах отражения и метод стоячих рентгеновских волн // Успехи химии. 2014 Т.83. № 12. С. 1091-1119.
- [3] Kr. Stoev, K. Sakurai Recent theoretical models in grazing incidence x-ray reflectometry // The Rigaku Journal. 1997. V. 14. № 2 P. 22-37
- [4] Спенс Дж. Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения: Пер. с англ. / Под ред. Рожанского В.Н. М.: Наука, 1986 430 с.
- [5] Р. М. Имамов, В. В. Клечковская, Е. И. Суворова Просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения для решения задач кристаллографии наноматериалов // Кристаллография, 2011, том 56, № 4, с. 698–710

Исследование процессов расширения и сжатия дефектов упаковки, введенных в 4H-SiC при облучении электронным пучком

Якимов Е.Е.¹, Якимов Е.Б.^{1,2}

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка.

²Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва
e-mail: yakimov@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.79.10.017

Дефекты упаковки в 4H-SiC могут генерироваться в процессе работы силовых приборов, что приводит к деградации их свойств. Поэтому исследования процессов генерации и расширения дефектов упаковки представляют как научный, так и практический интерес. В настоящей работе дефекты упаковки вводились в 4H-SiC при облучении электронным пучком в РЭМ при комнатной температуре. Облучение проводилось в растровом электронном микроскопе JSM 6490. Исследование дефектов упаковки и их роста в процессе облучения проводилось методом катодоллюминесценции в том же микроскопе с использованием системы MonoCL3. Для зарождения дефектов упаковки на поверхность, наклоненную на 4° по отношению к базисной плоскости, при комнатной температуре наносились отпечатки алмазного индентора

При облучении электронным пучком области вблизи отпечатка зарождаются и расширяются дефекты упаковки, имеющие форму ромба. Анализ их расширения показывает, что облучение электронным пучком стимулирует движение только двух 30° -ных частичных дислокаций. Согласно широко распространенному мнению, эти дислокации имеют Si ядро. Обнаружено, что скорость подвижных частичных дислокаций практически не зависит от расстояния до отпечатка, хотя сдвиговые напряжения должны спадать обратно пропорционально квадрату этого расстояния. Это может свидетельствовать о том, что, либо напряжения существенно релаксируют, либо при облучении на частичные дислокации действует эффективная сила, сравнимая или даже больше, чем упругие напряжения. Показано, что дефекты упаковки, введенные при комнатной температуре при облучении электронным пучком, могут уменьшаться в размерах при последующем отжиге при температурах выше 500°C .

Исследования температурной зависимости расширения дефектов упаковки показали, что в условиях облучения электронным пучком частичные дислокации в 4H-SiC могут скользить даже при 80 К. При этом, энергия активации скольжения дислокаций не превышает 6 мэВ, что существенно ниже энергии активации для скольжения дислокаций под действием механических напряжений (~ 1.5 эВ).

Синтез и структурное исследование сверхпроводящих полигидридов металлов при высоких давлениях

Иванова А.Г.^{1,2}, Троян И.А.^{1,2}, Гаврилюк А.Г.^{1,2}

¹ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН

²Институт ядерных исследований РАН

e-mail: ani.crys.ras@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.93.98.018

Поиск высокотемпературной сверхпроводимости является одной из основных задач физики конденсированного состояния и химии твердого тела. Полигидриды металлов рассматриваются как перспективные кандидаты в сверхпроводники с высокой температурой сверхпроводящего состояния (T_c) при высоких давлениях. Рекордные значения $T_c = 252\text{-}260\text{K}$ были экспериментально достигнуты в LaH_{10} при давлениях около 170 ГПа [1,2]. В последнее время в результате теоретических расчетов был предложен ряд других материалов, обогащённых водородом в качестве потенциальных рекордсменов с высокими значениями T_c [3,4,5]. При этом существование многих из этих материалов до сих пор не имеет экспериментального подтверждения.

В докладе представлены достижения в области синтеза новых сверхпроводящих полигидридов (H_3S , ThH_{10} , YH_6) с рекордными значениями T_c при высоких давлениях и результаты экспериментальных исследований их сверхпроводящих свойств, структуры и областей стабильности с использованием синхротронного излучения.

Сверхпроводимость в гидридах с рекордной температурой $T_c = 203\text{K}$ впервые была экспериментально получена в сероводороде сжатом при 155 ГПа [6] и затем подтверждена наблюдением эффекта Мейснера [7]. Для этого был разработан и успешно применён новый метод изучения диамагнитного экранирования сверхпроводящего образца при мегабарных давлениях, в котором с использованием ядерного резонансного рассеяния синхротронного излучения (Nuclear resonance scattering) измеряется магнитное взаимодействие поля с ядрами изотопа ^{119}Sn как датчика внешнего магнитного поля [7].

Два новых высокотемпературных сверхпроводника кубического $Fm\text{-}3m\text{-ThH}_{10}$ и гексагонального $R\bar{6}_3/mmc\text{-ThH}_9$ были целенаправленно синтезированы и структурно изучены методом синхротронной рентгеновской дифракции [8]. На примере соединений ThH_x продемонстрирован способ получения полигидридов металлов путём разложения борана аммония (BH_3N_3) импульсным лазерным нагревом под давлением. Показано, что различные режимы синтеза приводят к получению гидридов разного состава. Для ThH_{10} (рис. 1а) сверхпроводимость была экспериментально подтверждена наблюдением нулевого сопротивления при $T_c = 160\text{K}$ и давлении 175 ГПа (рис. 1б) со значением верхнего критического поля $H_c = 45\text{ T}$. Экспериментально показано, что сверхпроводящий полигидрид ThH_{10} стабилен при более низких

давлениях до 85 ГПа, что делает его уникальным среди всех экспериментально полученных полигидридов с рекордно высокими критическими температурами сверхпроводимости.

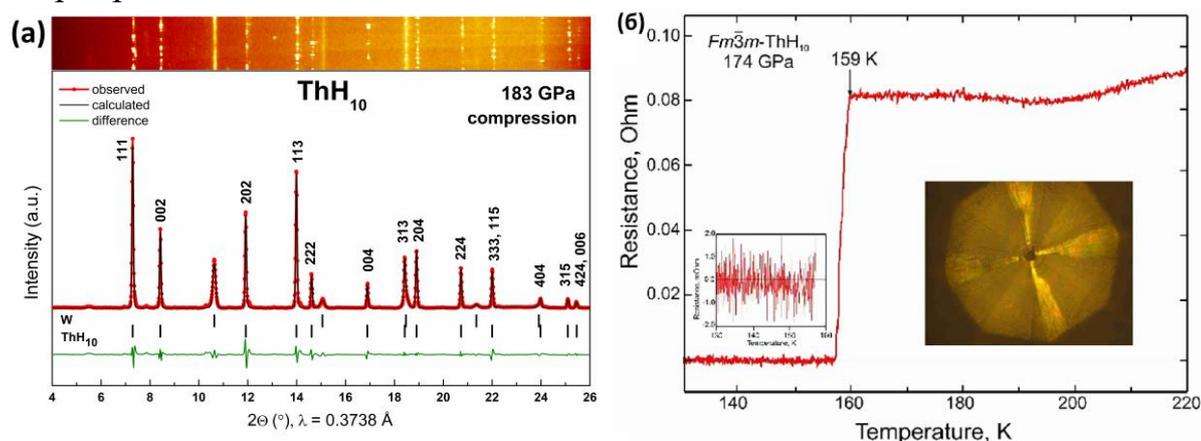


Рис.1. Рентгеновская дифрактограмма (a) и температурная зависимость электрического сопротивления (b) сверхпроводящего полигидрида ThH_{10} , синтезированного в системе $\text{Th}-\text{NH}_3\text{BH}_3$ [8].

В результате экспериментов по синтезу гидрида иттрия в системе $\text{Y}-\text{BH}_3\text{N}_3$ в диапазоне давлений 160-180 ГПа с лазерным нагревом были синтезированы и структурно изучены теоретически предсказанные полигидриды кубического Im-3m-YH_6 , триклинного P1-YH_{7+x} ($x=0.5$) и тетрагонального I4/mmm-YH_4 [9]. Измерения зависимости электрического сопротивления Im-3m-YH_6 от температуры демонстрируют четкий сверхпроводящий переход с $T_c \sim 224$ К при 166 ГПа. В настоящее время это вторая по величине критическая температура сверхпроводящего перехода, которая была экспериментально достигнута в сжатых полигидридах.

Данная работа была поддержана грантом РФФ №19-12-00414.

Список литературы:

- [1] M. Somayazulu, M. Ahart, A.K. Mishra et al., *Phys. Rev. Lett.*, **122**, 27001 (2019).
- [2] A.P. Drozdov, P.P. Kong, V.S. Minkov et al., *Nature*, **569**, 528 (2019).
- [3] F. Peng, Y. Sun, C.J. Pickard et al., *Phys. Rev. Lett.* **119**, 107001 (2017).
- [4] H. Liu, I.I. Naumov, R. Hoffmann et al., *PNAS*, **114**, 6990 (2017).
- [5] D.V. Semenov, I.A. Kruglov, I.A. Savkin et al. *arXiv:1806.00865* (2018)
- [6] A.P. Drozdov, M.I. Eremets, I.A. Troyan et al., *Nature* **525**, 73 (2015).
- [7] I. Troyan, A. Gavriluk, R. Ruffer et al., *Science*, **351**, 1303 (2016).
- [8] D.V. Semenov, A.G. Kvashnin, A.G. Ivanova et al., *Materials Today*, in press (2020).
- [9] I.A. Troyan, D.V. Semenov, A.G. Kvashnin et al., *arXiv:1908.01534* (2019).

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

Структура и свойства тонкого слоя $\text{HfO}_2\text{-La}$ в композите $\text{TiN}/\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ после облучения ионами Xe по данным ПЭМ, электронной дифракции и спектроскопии энергетических потерь электронов.

Суворова Е.И.¹, Уваров О.В.², Архарова Н.А.¹, Скуратов В.А.³.

¹ Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника" Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук

² Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук

³ Лаборатория ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, Объединенный институт ядерных исследований

DOI: 10.37795/RCEM.2020.88.32.019

Диоксид гафния, HfO_2 , считается хорошим кандидатом замены аморфного SiO_2 в кремниевых микросхемах памяти нового поколения, в которых пробуют использовать пленки HfO_2 толщиной ≤ 10 нм. Преимуществами HfO_2 являются термодинамическая устойчивость на границах раздела с кремнием, высокая диэлектрическая проницаемость и большая ширина запрещенной зоны.

В настоящей работе структура нанокристаллических пленок HfO_2 , легированного лантаном (~ 1.5 ат.%), в композитах $\text{TiN}/\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ исследована методами ПЭМ, ВРЭМ, дифракции электронов, рентгеновской энерго-дисперсионной спектрометрии и спектроскопии энергетических потерь электронов в микроскопах FEI Tecnai Osiris (X-FEG, 200 кВ) и Libra 200 FE HR/Zeiss (X-FEG, 200 кВ). Структура пленок и фазовый состав определены из картин электронной дифракции и дифрактограмм (преобразования Фурье) ВРЭМ изображений, ширина запрещенной зоны в HfO_2 и диэлектрическая функция измерены из спектров энергетических потерь электронов до и после облучения ионами Xe с энергиями 24, 46, 72 и 160 МэВ.

Результаты показали, что кольцевые электронограммы необлученных пленок $\text{HfO}_2 - 1.5$ ат.% La и облученных ионами с минимальной энергией, хорошо интерпретируются в рамках ромбической элементарной ячейки Rbcm (№ пр.гр. 57, ICSD 53034). Облучение ионами ксенона с энергиями 46 и 72 МэВ (на поверхности первого слоя TiN) привело к появлению зерен с тетрагональной структурой Pmnb (№ пр.гр. 62, ICSD 87456) и образованию смеси ромбической и тетрагональной фаз в слоях HfO_2 . Электронограммы, полученные от образцов, облученных ионами с самой высокой энергией 160 МэВ, наилучшим образом интерпретируются в рамках тетрагональной структуры $\text{P4}_2/\text{nmc}$ ((№ пр.гр. 137, ICSD 7146). Анализ электронограмм и дифрактограмм от ВРЭМ изображений проводился с помощью программы JEMS [P. Stadelmann: JEMS, 2019] путем подбора наилучшего согласования экспериментальных дифракционных картин и моделированных для известных фаз HfO_2 . В качестве стандартных структур были взяты только экспериментально установленные фазы [кристаллографическая база данных неорганических соединений ICSD, 2019] методами нейтронной и рентгеновской дифракции.

Ширина запрещенной зоны, полученная из спектров энергетических потерь электронов порядка 8.0 эВ оказалась в среднем меньше для необлученных образцов. Облученные образцы (46 и 160 МэВ) показали значение около 10 эВ в слое HfO_2 .

Оценка диэлектрических постоянных (для 1 эВ, что соответствует частоте порядка 300 ТГц) в необлученном слое HfO_2 и облученном ионами Хе с энергией 160 МэВ дала значение около 5, в то время как в слое, подвергнутому воздействию 46-МэВ ионов Хе это значение меньше и составляет в среднем 4.5 (Рис.1). Все величины ширины запрещенной зоны и диэлектрических постоянных усреднялись по данным не менее 10 спектров.

Образцы $\text{TiN}/\text{HfO}_2/\text{TiN}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ были получены методом атомно-слоевого осаждения в ЦКП Московского физико-технического института (группа атомно-слоевого осаждения, рук. А. М. Маркеев). Электронно-микроскопические исследования выполнены в ЦКП ИОФ РАН и ИК РАН.

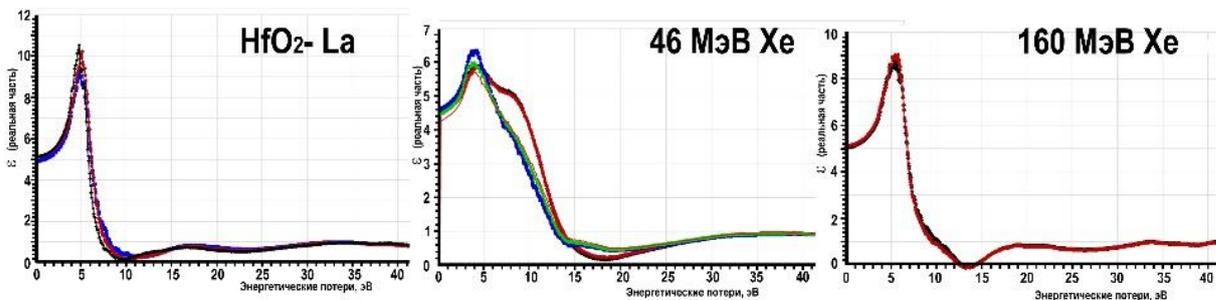


Рис.1. Значения диэлектрической функции (реальная часть), полученные в слоях $\text{HfO}_2 - \text{La}$ толщиной 10 нм: необлученный образец, облученные образцы ионами Хе с энергиями 46 МэВ и 160 МэВ (показаны диэлектрические функции, полученные из нескольких спектров).

Особенности микроструктуры гидрогеля поли-*n*-винилпирролидон – $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Орехов А.С., Архарова Н.А., Клечковская В.В.

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

e-mail: klechvv@crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.51.020

Редкоземельные элементы (*RE*) в составе различных соединений проявляют антибактериальную активность. Ионы от La^{3+} до Lu^{3+} имеют ионный радиус от 1.03 до 0.99 Å, близкий к радиусу иона Ca^{2+} (1.00 Å), входящего в состав клеток бактерий, что способствует замещению ионов Ca на ионы *RE*, вызывая гибель бактерий. Создание композитов с участием компонента с *RE* перспективно для формирования материалов, обладающих антимикробной активностью. Представляет интерес создание композитов на основе нетоксичного, биосовместимого полимера поли-*N*-винилпирролидона (ПВП; $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$ с гидрофильной группой N-C=O и гидрофобной полимерной C-C цепочкой) с функциональными частицами $\text{RE}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [1].

Гидрогели получали золь-гель методом из ПВП, сшивающего агента тетраэтоксисилана (ТЭОС) и порошка $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. При получении композиционных гидрогелей ПВП/ $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (ПВП/*La*) к 11 % водному раствору ПВП добавляли молочную кислоту 0,01 масс.% (катализатор), порошок $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ в количестве 5,59 масс.% и ТЭОС - 5.04 масс.%. Смесь перемешивали в течение 30 мин при комнатной температуре

Морфология порошка $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ изучалась с помощью растрового электронного микроскопа Scios (FEI, США). Для минимизации радиационных повреждений образца при взаимодействии с электронным пучком использовали метод низковольтной растровой электронной микроскопии (ускоряющее напряжение до 2 кВ). Морфологию поверхности композиционного гидрогеля ПВП/*La* исследовали в растровом электронном микроскопе Quanta 200 3D FEI в режиме низкого вакуума при давлении 60Па. Элементный анализ изучали с помощью микроанализатора EDAX.

На РЭМ-изображениях порошка $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ присутствуют шестигранные призмы с размером ребра ~1.8 мкм, а также игольчатые кристаллы размерами до 1x 50 мкм. Согласно рентгенограммам кристаллы могут принадлежать La_2O_3 (пр. гр. $R\bar{6}_3/mmc$) или $\text{La}(\text{OH})_3$ (пр. гр. $R\bar{6}_3/m$).

В геле ПВП порошок $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ гидролизуются. Локальный анализ образца ПВП/*La* был выполнен на просвечивающем электронном микроскопе Osiris (FEI, США). Отсутствие дифракционных колец на электронограмме образца ПВП/*La* указывает на его аморфное

состояние. По данным EDS, выбранная область содержит элементы С, О, N, Si (2.38 ат.%) и La (1.00 ат.%). На поверхности высушенного гидрогеля наблюдаются включения в виде «розеток» (рис.1).

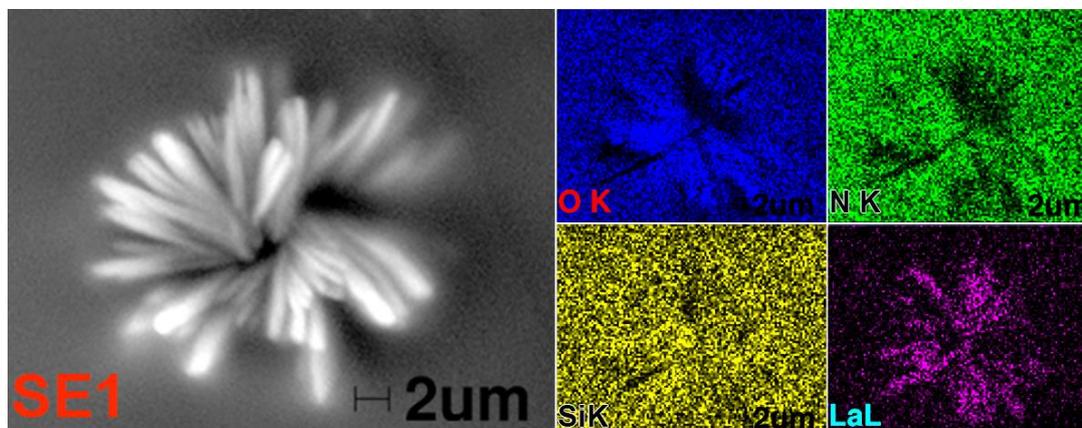


Рис.1. РЭМ-микротография поверхности высушенного гидрогеля ПВП/La(N) и карты распределения элементов.

Присутствие частиц обогащенных лантаном в гидрогеле ПВП/La увеличивает антимикробную активность по отношению к *Staphylococcus aureus* и *Candida albicans* и уменьшает по отношению к *Escherichia coli* по сравнению с исходным порошком $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Работа была поддержана Министерством науки и высшего образования в части электронно-микроскопических исследований на оборудовании ЦКП «Диагностика материалов» ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» и грантом РФФИ (проект № 18-03-00330).

Список литературы:

- [1] Timaeva O.I., Arkharova N.A., Orekhov A.S., Klechkovskaya V.V., Mulakov S.P., Kuz'micheva G.M., and Pashkin I.I. Polymer. 2020. 186. 122079.

Исследование процессов, индуцированных фемтосекундным лазерным излучением, методами сверхбыстрой электронной дифракции

Асеев С.А.¹, Ищенко А.А.², Компанец В.О.¹, Кочиков И.В.³, Малиновский А.Л.¹,
Миронов Б.Н.¹, Пойдашев Д.Г.¹, Чекалин С.В.¹, Рябов Е.А.¹

¹Институт спектроскопии РАН, 108840, Москва, Троицк, ул. Физическая 5.

²МИРЭА - Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, 119571, Москва, проспект Вернадского 86.

³Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, физический факультет, 119234, Москва, Воробьёвы горы.

e-mail: ryabov@isan.troitsk.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.54.63.021

Метод сверхбыстрой электронной дифракции (UED) использован для исследования процессов, индуцированных фемтосекундным лазерным излучением в тонких пленках, наночастицах и молекулярно-кластерных пучках. Метод UED основан на жесткой синхронизации лазерных и электронных импульсов, которая осуществлялась путем замены термоэмиссионного катода на фотоэмиссионный, на который отводилась часть возбуждающего лазерного излучения. Было создано два типа фемтосекундных электронографов. Один – для работы с тонкими твердотельными пленками и наночастицами, другой – газофазный, для исследований с молекулярно-кластерными пучками. Энергия электронов в “твердотельном” электронографе составляла 20 кэВ, временное разрешение – не хуже 300 фс при $\sim 10^3$ электронов в импульсе (подробное описание прибора приводится в [1]). Используя этот прибор, выполнены исследования лазерно-индуцированной когерентной динамики решетки в тонких пленках сурьмы и висмута. В частности, зарегистрирована генерация когерентных оптических фононов. В случае сурьмы частота осцилляций составляла 1.1, 3.4, 4.6, и 6.4 ТГц [1, 2]. В пленке висмута осцилляции наблюдались на частотах 3, 6 и 9 ТГц [3]. Дана интерпретация полученных результатов. Приводятся также результаты экспериментов по лазерному возбуждению наночастиц (размер 65 - 70 нм) кобальтита лантана LaCoO_3 [2]. Обнаружены осцилляции на частоте ~ 4 ТГц, что вероятно вызвано колебаниями лантана в гексагональной (001) плоскости.

Исследована модификация графенового листа под действием мощного фемтосекундного лазерного излучения [4]. Установлено, что процесс длительного облучения образца в вакууме сопровождается разрывом углеродных связей, о чем свидетельствует уменьшение яркости рефлексов, отвечающих дифракции электронного пучка на графене, а также образованием новых продуктов, о чем свидетельствуют появление новых дифракционных колец и изменение спектра комбинационного рассеяния.

Для исследования изучения внутримолекулярных и внутрикластерных процессов в молекулярных пучках создан фемтосекундный газофазный электронограф. Его схема приведена на рис.1.

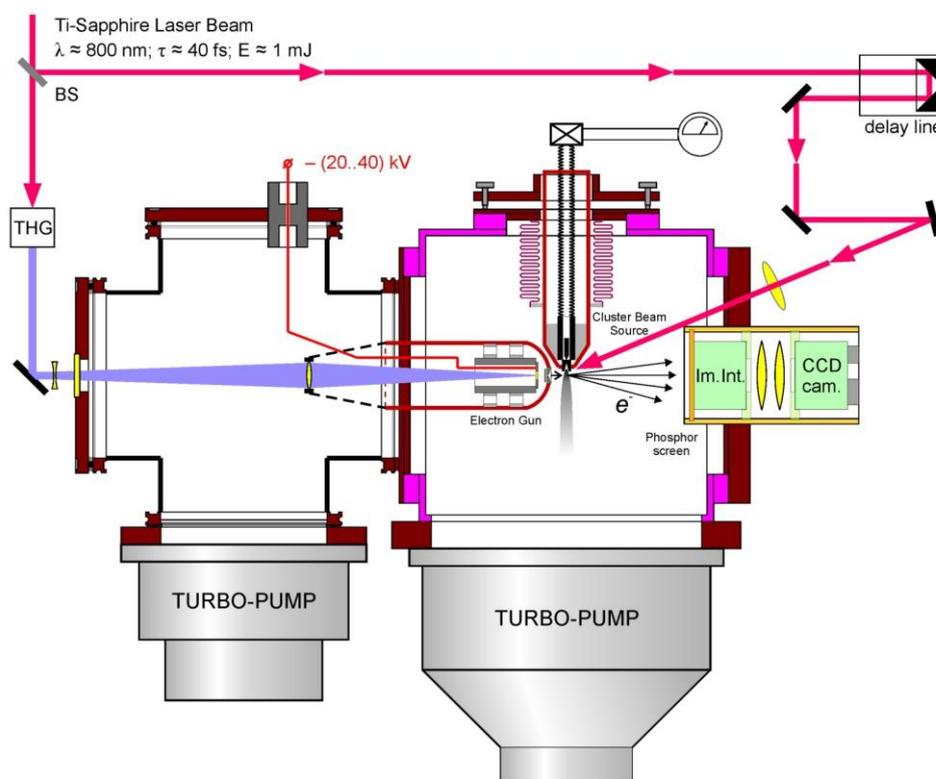


Рис. 1. Схема фемтосекундного газофазного электронографа.

Электронограф состоит из двух вакуумных камер, в которых размещены система формирования импульсного электронного пучка (электронная пушка), источник молекулярно-кластерного пучка и система регистрации дифрактограмм на основе фосфорного люминофора и CCD камеры с усилителем яркости. Слева – камера формирования электронного пучка. Справа – камера взаимодействия электронного и лазерного пучков с молекулярно-кластерным пучком.

Приводятся основные характеристики газофазного электронографа, а также результаты выполненных экспериментов.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ №20-02-00146

Список литературы:

- [1] Б. Н. Миронов, В. О. Компанец, С. А. Асеев, А. А. Ищенко, И. В. Кочкиков, О. В. Мисочко, С. В. Чекалин, Е. А. Рябов, *ЖЭТФ*, **151**, 494-502 (2017).
- [2] Б.Н. Миронов, С.А. Асеев, С.В. Чекалин, А.А. Ищенко, В.О. Компанец, Е.А. Рябов, *Оптика и спектроскопия*, **127**, 25-31 (2019).
- [3] Б. Н. Миронов, С. А. Асеев, А. А. Ищенко, И. В. Кочкиков, С. В. Чекалин, Е. А. Рябов, *Квантовая Электроника* №3 (2020).
- [4] Б.Н. Миронов, С.А. Асеев, А.А. Соколик, Б.Н. Маврин, А.А. Тимофеев, А.А. Ищенко, И.В. Кочкиков, С.В. Чекалин, Е.А. Рябов, *ЖЭТФ*, **154**, 1 -10 (2018).

Особенности структурообразования в композитах ПТФЭ при различных дозах облучения гамма-квантами

Садовская Н.В.¹, Авиллов А.С.¹, Хатипов Р.С.², Хатипов С.А.³

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

²ООО «НПП «Арфлон»,

³Вятский государственный университет

e-mail: nataly_sadovska@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.59.98.022

ПТФЭ представляет собой частично-кристаллический полимер, кристаллическая фаза которого характеризуется наличием ламелей с плоскопараллельной упаковкой макромолекул перпендикулярно направлению вытяжки ламелей. Гамма-облучение ПТФЭ в расплаве ведет к значительным структурным изменениям. Так при поглощенной дозе 200 кГр наблюдается полный переход от ламелярной структуры к фибриллярной, где макромолекулы ориентированы вдоль направления вытяжки фибрилл [1]. Подобная полная перестройка структуры полимерной матрицы происходит и в композитах ПТФЭ, причем дополнительно наблюдается значительное увеличение межфазного взаимодействия частиц наполнителя с полимерной матрицей. В итоге существенно улучшаются механические и триботехнические свойства полученных материалов. С другой стороны, можно предположить, что изменение дозы гамма-облучения может привести лишь к частичной перестройке структуры ПТФЭ-матрицы, и как следствие, к получению материалов, сочетающих свойства исходных и облученных композитов.

Целью настоящей работы являлось исследование методами РЭМ, РСМА и ДСК процессов структурообразования в композитах ПТФЭ в зависимости от дозы гамма-облучения. Выборочное исследование механических и триботехнических свойств полученных материалов также входило в цель работы.

Объекты исследования. Исследовали смесевые композиты ПТФЭ суспензионной полимеризации ($ММ \sim 5 \times 10^6$) с органическими и неорганическими наполнителями в интервале поглощенных доз 5–200 кГр.

Приборы и методы. Морфологию полученных в жидком азоте сколов полимерных образцов исследовали методом РЭМ. Использовали сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM 7500F фирмы JEOL. Для определения областей локализации частиц наполнителя использовали РСМА-приставку к JSM 7500F. Для анализа кристаллической структуры полимеров применяли метод ДСК (прибор DSK 204 F1 Phoenix).

Облучение образцов проводили гамма-квантами ^{60}Co (1.25 МэВ) при мощности поглощенной дозы 2.5 кГр/час

Основные результаты и выводы. Показано, что структурообразование в композитах ПТФЭ зависит от дозы облучения и концентрации наполнителя. По мере увеличения дозы происходит переход от ламеллярной к фибриллярной структуре полимерной матрицы, связанный с постепенным разрушением ламелей (рис. 1а). При дозах $D < 200$ кГр наблюдается одновременное существование как ламеллярной, так и фибриллярной структур, что подтверждается наличием двойного пика плавления/кристаллизации (рис. 1б). Перестройка структуры полимера способствует исчезновению межфазового расслоения между частицами наполнителя и полимерной матрицы и увеличению плотности композита за счет снижения пористости системы.

Полученные результаты позволяют определить условия получения материалов, сочетающих свойства исходных и облученных композитов ПТФЭ.

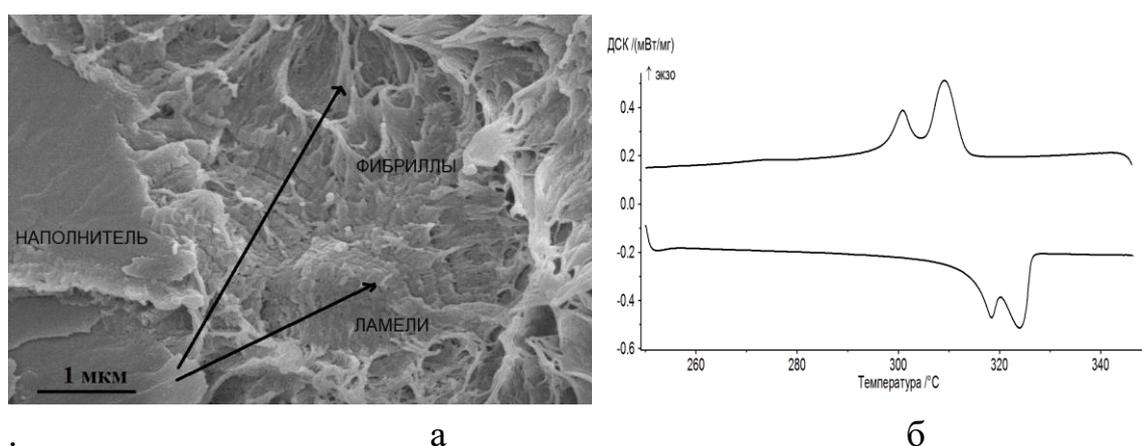


Рис. 1. "РЭМ-изображение (а) и ДСК-кривые (б) композита Ф4К10 (наполнитель кокс), облученного дозой 50 кГр".

Данная работа была поддержана Министерством науки и высшего образования.

Список литературы:

- [1] S. Khatipov, S. Serov, N. Sadovskaya, E. Konova, *Radiation Physics and Chemistry*, **81**, 256-263 (2012).

Сегрегация легирующих элементов на дислокации малоугловой границы в ферритно-мартенситных сталях при ионном облучениях

Рогожкин С.В.^{1,2}, Искандаров Н.А.^{1,2}, Никитин А.А.^{1,2}, Хомич А.А.¹, Хорошилов В.В.¹, Богачев А.А.^{1,2}, Лукьянчук А.А.¹, Разницын О.А.¹, Шутов А.С.¹, Кулевой Т.В.¹, Федин П.А.¹, Потехин А.А.^{1,2}, Залужный А.Г.^{1,2}

¹Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», 117218 Москва, Россия, ул. Большая Черемушкинская, 25

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 15409 Москва, Россия, Каширское шоссе, 31

e-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru; SVRogozhkin@mephi.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.31.45.006

Проведено исследование сегрегаций химических элементов в облученных ионами ферритно-мартенситных сталях ЭК-181 и ЧС-139 – перспективных конструкционных материалах активной зоны ядерных реакторов на быстрых нейтронах. Для моделирования радиационных эффектов использовалось облучение ионами Fe с энергией 5.6 МэВ при температурах 250–400 °С до повреждающих доз ~ 6 сна и при температурах 350–450 °С до повреждающей дозы 30 сна. Также выполнено исследование стали ЭК-181 после термического старения при 450 °С в течение 5000 ч. Анализ методом Z-контраста облученных сталей обнаружил сегрегации легирующих элементов на дислокациях малоугловой границы (МУГ) наклона и смешанных. Вычисленные углы разориентировки МУГ составили ~ 1–3°, а угол кручения смешанной границы ~ 3°. Атомно-зондовая томография облученной стали ЧС-139 показала, что на дислокациях, в том числе на дислокационных структурах МУГ, образуются кластеры, обогащенные по Ni, Si и Mn. В облученной стали ЭК-181 на дислокациях образуются кластеры, обогащенные по Si. В состаренном состоянии стали ЭК-181 обнаружена сегрегация Cr, V, Mn, Si и N на дислокационных структурах МУГ.

Благодарности:

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 17-19-01696). Облучение образцов и томографический атомно-зондовый анализ выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, приготовление образцов методами фокусированных ионных пучков выполнены на оборудовании ресурсного центра НАНОЗОНД НИЦ «Курчатовский институт» (<http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/nanozond/>).

Влияние облучения тяжелыми ионами на оксидные включения в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti

Рогожкин С.В.¹, Богачев А.А.¹, Никитин А.А.¹, Васильев А.Л.², Пресняков М.Ю.²,
Tomut M.³, Trautmann Ch.^{3,4}

¹НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ, Москва, Россия

²НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

³GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH, Darmstadt, Germany

⁴Technische Universität Darmstadt, Germany

e-mail: bogachev@itep.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.46.35.023

Ряд актуальных задач: развитие ядерной энергетики, создание комплексов для изучения материи, освоение космического пространства, обуславливают необходимость в материалах, обладающих как высокой жаропрочностью, так и радиационной стойкостью при воздействии потоков высокоэнергетических частиц. Одним из перспективных материалов, отвечающих заданным требованиям является дисперсно-упрочненная оксидами (ДУО) сталь. Материалы этого класса имеют сложную гетерогенную структуру, содержащую множество различных наноразмерных упрочняющих включений и их предвыделений, обеспечивающих повышенные эксплуатационные характеристики. Передача энергии от ускоренных частиц вдоль траектории пролета в таких развитых системах носит нетривиальный характер и может способствовать изменению материала на наномасштабе.

В данной работе методами высокоразрешающей электронной микроскопии и просвечивающей растровой электронной микроскопии с энергодисперсионной спектроскопией исследовалось влияние облучения тяжелыми ионами при комнатной температуре на микро- и наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti. Образцы материалов облучались ионами 945 МэВ Au до 1×10^{15} , 5×10^{16} и 1×10^{17} м⁻² на ускорителе UNILAC (GSI, г. Дармштадт) и ионами 167 МэВ Хе до 1×10^{17} и 1×10^{18} м⁻² на установке IC-100 (ОИЯИ, г. Дубна). Дополнительно проводилось сравнение полученных данных с результатами исследований образцов ДУО сталей, облученных ионами 4,8 МэВ Ti до 1×10^{20} м⁻² на ускорителе ТИПр-1 (НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ, г. Москва). Образцы продольных и поперечных срезов данных материалов изготавливались методами электрохимического утонения и фокусированных ионных пучков.

Облучение стали Eurofer ODS ионами 945 МэВ Au и 167 МэВ Хе привело к образованию аморфных областей в крупных (более 8 нм) оксидных частицах (см. Рис. 1). Эти структурные особенности являются треками от прошедших ионов, что согласуется с результатами предыдущих исследований влияния высокоэнергетического воздействия на наноструктуру ДУО стали [1]. В

небольших оксидах (менее 8 нм), частично когерентных с матрицей, аморфизация не была обнаружена.

Обнаружен эффект перестройки оксидов (растворение крупных и образование мелкодисперсной фракции размерами < 10 нм) в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr–0,3Ti как при облучении в условиях комнатной температуры ионами высокоэнергетичными ионами 167 МэВ Хе, 945 МэВ Au с уровнем ионизационных потерь 30 кэВ/нм и 55 кэВ/нм, соответственно, так и при облучении ионами 4,8 МэВ Ti в диапазоне доз 0,8 - 8 сна при 30 – 500 °С. Наибольшую стабильность под облучением показывают оксидные включения Y–Ti–O в стали ODS 13,5Cr–0,3Ti, что обусловлено их небольшим размером (< 10 нм) при высокой объемной плотности в исходном материале.

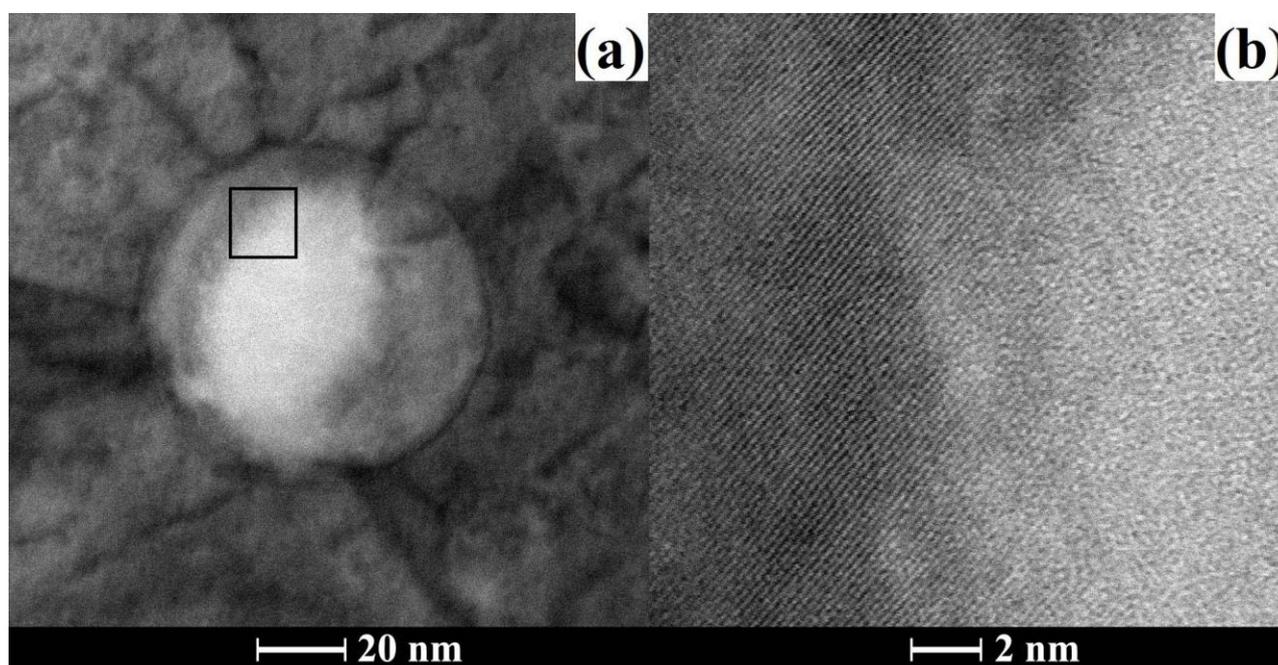


Рис. 1. Оксид иттрия в образце продольного среза стали Eurofer ODS, облученного ионами 945 МэВ Au до $1 \times 10^{17} \text{ м}^{-2}$: (a) светлопольное изображение; (b) изображение высокого разрешения области, указанной в (a), показывающее переходный слой от кристаллической (слева) до аморфной (справа) структуры оксида. Изображения получены на микроскопе Titan 80-300 (FEI) при ускоряющем напряжении 300 кэВ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Исследовательского центра ФАИР-Россия.

Список литературы:

- [1] V.A. Skuratov, V.V. Uglov, J. O'Connell, A.S. Sohatsky, J.H. Neethling, S.V. Rogozhkin, *Journal of Nuclear Materials*, **442**, 449-457 (2013).

Электронная микроскопия наноструктур, полученных в процессе термоплазмонного лазерно-индуцированного травления сапфира

Жигалина О.М.^{1,2}, Хмеленин Д.Н.¹, Атанова А.В.¹, Свиридов А.П.³, Цветков М.Ю.³

¹ *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия*

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

³ *Институт фотонных технологий ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва, Россия
e-mail: zhigal@ns.crys.ras.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.36.35.024

Существенные успехи по созданию новых функциональных материалов достигнуты в экспериментах при взаимодействии лазерного излучения с веществом. [1]. В случае косвенного воздействия лазерное излучение фокусируется на заднюю поверхность прозрачного диэлектрика, которая находится в кювете, заполненной сильно поглощающей жидкостью. Данная технология получила название лазерно-индуцированное жидкостное травление (Laser-Induced Backside Wet Etching – LIBWE). В настоящей работе рассматривается развитие этого подхода, когда в качестве поглощающей среды используется раствор с плазмонным поглощением (TP-LIBWE) [2]. На поверхности раздела диэлектрик/жидкость возникают различные процессы (фотохимические, термические, гидродинамические), такие как нелинейное поглощение, фазовые превращения, кавитация и т.д. [3]. В этих экстремальных условиях происходит формирование спектра наноструктур. В данной работе в качестве диэлектрика использован сапфир, а в качестве плазмонного прекурсора - нитрат серебра. Целью работы было исследование поверхности сапфира и визуализация наноструктур, образовавшихся при воздействии лазерного излучения на прекурсор.

В качестве образцов использовали полированные сапфировые подложки диаметром 50,8мм и толщиной ~0,45мм, которые вырезали из монокристаллов сапфира. Для облучения образцов использовали твердотельный лазер с диодной накачкой ТЕСН-527Basic, длиной волны $\lambda=527\text{нм}$, длительностью лазерного импульса $\tau=5\text{нс}$. Эксперименты проводили при частоте следования импульсов 1кГц и энергиях лазерного излучения до 25 мкДж в импульсе, при этом плотность энергии достигала 30 Дж/см². Образцы для ПЭМ-исследований изготавливали с помощью фокусированного ионного пучка в сканирующем электронно-ионном микроскопе FEI Scios. Исследования методами ПЭМ, просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ), электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ), электронной дифракции и энергодисперсионного анализа проводили на микроскопе FEI Osiris при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Установлено, что под воздействием лазерного излучения плазмонный прекурсор (AgNO_3) восстанавливается до наночастиц серебра, которые обеспечивают громадное поглощение лазерного излучения. За счет этого на интерфейсе поглощающего раствора с образцом формируется существенно локализованная область с экстремально высокими температурами и давлениями, которые и обеспечивают абляцию сапфира. Показано, что при этом происходят различные фазовые превращения вещества, на поверхности кристаллического сапфира формируется аморфная фаза с внедренными в нее наночастицами серебра (рис.1). Поверхностный аморфизованный слой сапфира имеет толщину до 170 нм. Его кристаллизация активируется пучком электронов в просвечивающем микроскопе. Толщина слоя с наночастицами серебра достигает 50нм, размер наночастиц – от 2 до 60нм. Наночастицы располагаются как в аморфном слое, так и на его поверхности. Характерной особенностью структуры наночастиц является наличие двойников. Рассмотрены происходящие при этом процессы и возможные применения формируемых структур.

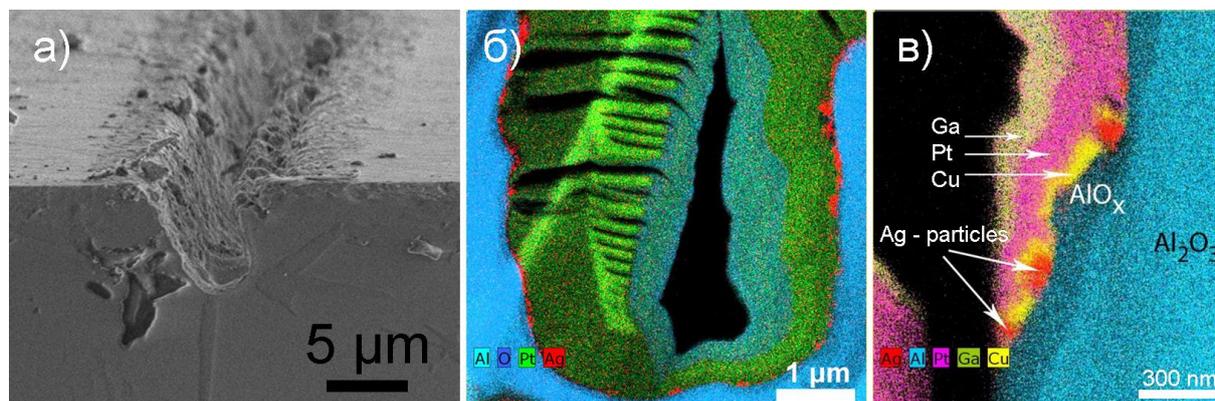


Рис.1. Канал на поверхности сапфира: а) РЭМ изображение канала; б) карта распределения химических элементов в канале; в) увеличенное изображение слоев внутри канала.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части структурных исследований и гранта РФФИ 19-29-03058 в части синтеза образцов. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН (проект RFMEFI62119X0035).

Список литературы:

- [1] Wang J., Niino H., A.Yabe A., *Appl. Phys.A*, **V. 69**, P. S271–S273(1999).
- [2] Tsvetkov M.Yu., Yusupov V.I., Minaev N.V., Timashev P.S., Golant K.M., Bagratashvili V.N., , *Laser Phys. Lett.*, **V.13**, P. 106001(2016).
- [3] Цветков М.Ю., Минаев Н.В., Акованцева А.А., Тимашев П.С., Муслимов А.Э., Каневский В.М., *Квантовая электроника* Т.49, С. 133–140 (2019).

Микроскопия и элементный анализ в изучении нанопроволок из двойных сплавов

Долуденко И.М.^{1,2}, Ерохина Н.С.^{1,3}, Загорский Д.Л.¹, Жигалина О.М.¹, Муслимов А.Э.¹, Бедин С.А.^{1,4}

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

²Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики»

³Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева

⁴Московский педагогический государственный университет

e-mail: doludenko.i@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.97.50.026

Нанопроволоки (НП) являются уникальным одномерным наноразмерным материалом. Настоящая работа посвящена получению и исследованию массивов НП из сплавов металлов группы железа. Интересна возможность варьирования магнитных свойств (определяемых структурой и элементным составом) за счёт изменения состава электролита и потенциала роста. НП были получены методом гальванического заполнения матриц на основе трековых мембран (ОИЯИ г. Дубна) с диаметром пор 100 нм и поверхностной плотностью 10^9 пор на кв. см.

Все электролиты содержали H_3BO_3 (25 г/л); лаурилсульфат натрия – 1 г/л и аскорбиновая кислота – 1 г/л; сернокислые соли Fe и сернокислые, хлористые соли Ni или Co. Для сплавов FeNi концентрация Fe^{+2} изменялась от 6% до 44% относительно Ni^{+2} . Для создания НП из сплавов FeCo электролиты содержали от 6% до 91% Fe^{+2} относительно Ni^{+2} .

Полученные массивы НП (закреплённые на несущей подложке) отделялись от ростовой полимерной матрицы путём растворения последней в концентрированной щёлочи. Затем массивы НП исследовались методом РЭМ. Применялся СЭМ JEOL JSM 6000+, работа проводилась в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 15 кВ.

Примеры полученных изображений массивов НП приведены на Рис.1.

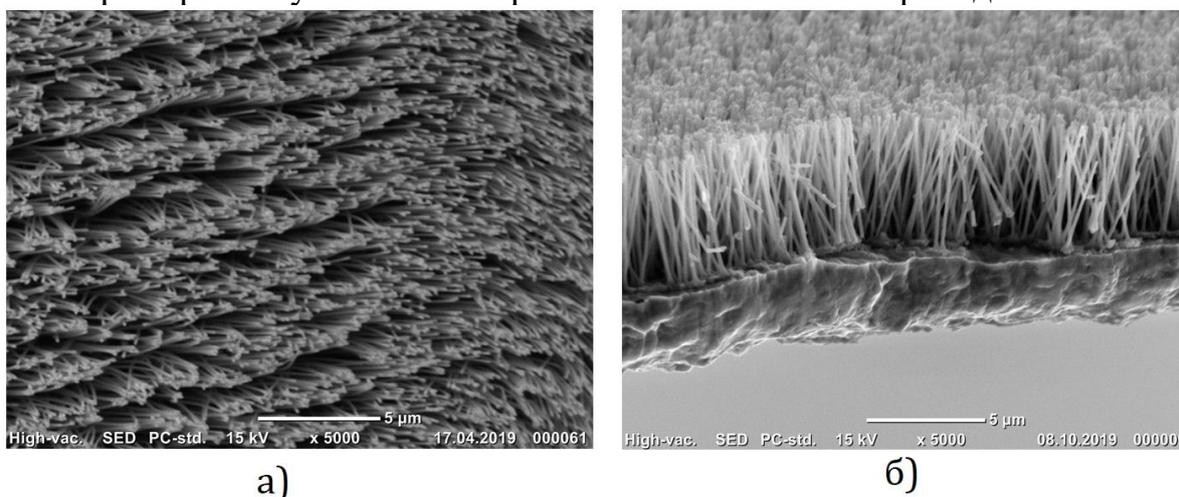


Рис.1. СЭМ-изображения массивов НП : а- сплав FeNi, б- сплав FeCo

Анализ изображений показывает, что НП достаточно однородны по длине, что свидетельствует о хорошем и равномерном заполнении пор. Диаметр НП примерно соответствует диаметру поровых каналов ростовой матрицы. Также проводился элементный анализ различных образцов. На Рис.2 для обоих типов НП представлены полученные зависимости концентрации железа в НП и в электролите относительно никеля (при неизменном ростовом напряжении 1,5 В).

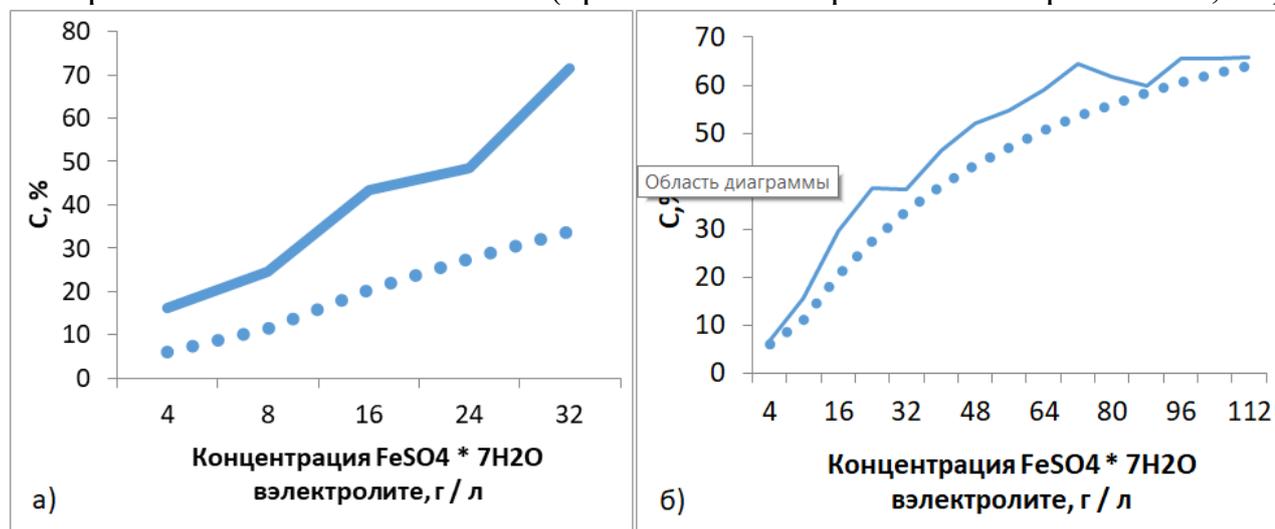


Рис.2. Результаты элементного анализа массивов НП а- сплав FeNi, б- сплав FeCo (пунктирным линиям соответствует концентрация ионов Fe^{+2} в электролите ; атомная концентрация Fe в НП)

Полученные результаты свидетельствуют о том, что для никелевого сплава наблюдается заметное отличие состава НП от состава электролита в сторону увеличения концентрации железа т.н. аномальным со-осаждением железа. Это различие усиливается при увеличении содержания железа в исходном электролите. На следующем этапе была изучена зависимость состава НП от ростового напряжения (от 1 В до 2 В). Для этого были выбраны ростовые составы с тремя различными соотношениями компонентов – соответствующие получению НП с примерным содержанием железа 25,50 и 75 % при ростовом потенциале 1,5 В. Анализ полученных зависимостей говорит о том, что уменьшение ростового потенциала приводит к уменьшению содержания железа в НП. Эффект этот проявляется сильнее в НП с меньшим содержанием железа. Аналогичные исследования были проведены для кобальтового электролита. Однако в этом случае полученные результаты свидетельствуют о том, что состав практически не зависит от ростового напряжения.

Полученные в работе зависимости могут быть использованы для выбора режимов роста НП из сплавов с требуемым составом.

Благодарности. Работа выполнена при поддержке Министерства науки и образования РФ в рамках выполнения работ по Госзаданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН. синтез нанопроволок выполнен при частичной поддержке гранта РФФИ 18-32-01066.

ПЭМ исследования дислокационной субструктуры дисперсионно-твердеющего сплава на основе В2-NiAl после деформации ползучести

Капланский Ю.Ю., Левашов Е.А., Коротницкий А.В., Логинов П.А.

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский
проспект, 4, Москва, 119049, Россия
e-mail: yury.kaplansky@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.82.027

Дисперсионно-твердеющие сплавы на основе системы Ni-Al-Fe являются наиболее перспективными материалами для теплонагруженных деталей турбинных установок [1, 2].

В работе исследовано влияние закалки и старения на эволюцию тонкой структуры нового жаропрочного сплава $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$, упрочненного когерентными выделениями α -Fe(Cr) фазы [3]. Размер выделений находился в диапазоне 20-120 нм. Установлено, что термическая обработка сплава приводит к оптимизации морфологии и размера упрочняющих выделений α фазы, а также образованию субмикронных (0.5-2 мкм) частиц интерметаллидной σ -FeCr фазы вдоль границ зерен. Рассчитанные по электронной дифракции параметры ячейки для σ фазы составили $a = 0.853$ и $c = 0.469$ нм.

Сплав на основе В2-NiAl подвергали испытаниям на высокотемпературную ползучесть в интервале 773 – 1200 К при напряжениях сжатия эквивалентных 100, 150, 200 и 300 МПа. Эффективное значение энергии активации ползучести при заданных температурно-силовых условиях испытаний составило $330 \text{ кДж}\cdot\text{mol}^{-1}$, что близко к $291 \text{ кДж}\cdot\text{mol}^{-1}$ – энергии объемной диффузии атомов никеля в решетки NiAl. Это указывает на взаимодействие матричных дислокаций с выделениями α фазы по механизму переползания, который будет оказывать наибольшее влияние на скорость деформации ползучести. Пороговые напряжения при 873, 973 и 1073 К составили 94, 70 и 33 МПа, соответственно и соответствовали критическим напряжениям для действия механизмов переползания дислокаций над упрочняющими выделениями.

Исследования дислокационной субструктуры сплава после высокотемпературных испытаний методами ПЭМ проводили с целью подтверждения предполагаемого механизма деформации ползучести [4]. Характерная структура горячедеформированного сплава представлена на Рисунке 1. Наличие субзерен (Рис. 1а) указывает на действие предложенного механизма деформации ползучести, так как их образование возможно только при одновременном скольжении и переползании краевых дислокаций. Кроме того, процесс переползания дислокаций над когерентными выделениями α фазы демонстрирует Рисунок 1б. Вблизи линий дислокаций наблюдались поля

упругих напряжений, приводящих к искажению кристаллической решетки фазы. Плотность дислокаций составляла порядка $3.5 \cdot 10^{11} \text{ м}^{-2}$.

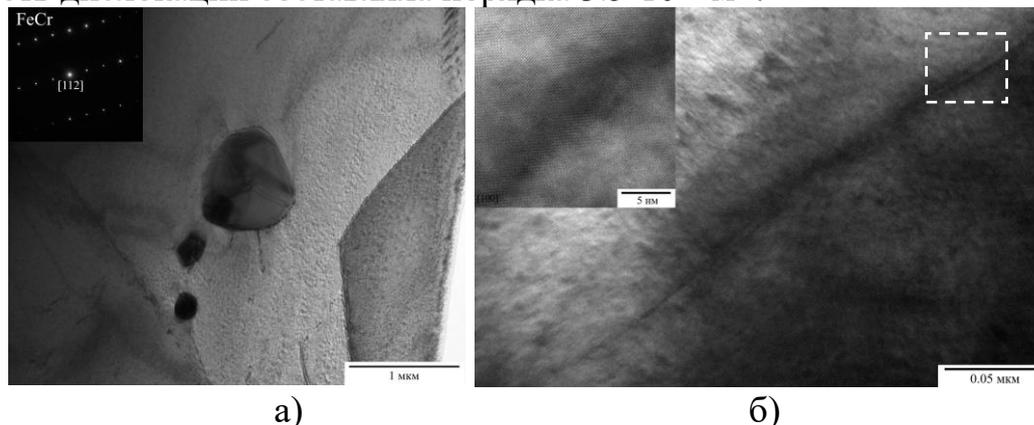


Рисунок 1 – Структура сплава $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$ после деформации ползучести

Таким образом, результаты структурных исследований подтвердили достоверность сделанных теоретических расчетов для оценки действующего механизма деформации ползучести, при котором достигаются наблюдаемые пороговые напряжения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания (проект 0718-2020-0034).

Список литературы:

- [1] L. Wang, J. Shen, Y. Zhang, L. Guo, H. Xu, H. Fu, Microstructure evolution and room temperature fracture toughness of as-cast and directionally solidified novel NiAl-Cr(Fe) alloy, *Intermetallics*. (2017).
- [2] N. Duman, A.O. Mekhrabov, M.V. Akdeniz, Microalloying effects on the microstructure and kinetics of nanoscale precipitation in Ni-Al-Fe alloy, *Intermetallics*. (2012).
- [3] Y.Y. Kaplanskii, Z.A. Sentyurina, P.A. Loginov, E.A. Levashov, A. V. Korotitskiy, A.Y. Travyanov, P. V. Petrovskii, Microstructure and mechanical properties of the (Fe,Ni)Al-based alloy produced by SLM and HIP of spherical composite powder, *Mater. Sci. Eng. A*. 743 (2019) 567–580.
- [4] M.E. Kassner, *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, Elsevier Inc., 2008. doi:10.1016/B978-0-08-047561-5.X0001-2.

Особенности химического состава фаз в жаропрочных сплавах системы Nb-Mo-C

Гнесин И.Б.¹, Гнесин Б.А.¹, Карпов М.И.¹, Некрасов А.Н.², Прохоров Д.В.¹, Внуков В.И.¹, Строганова Т.С.¹

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

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

DOI: 10.37795/RCEM.2020.87.81.028

Интерес к сплавам системы Nb-Mo-C возник в связи с поиском новых жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения. Сплавы как молибдена, так и ниобия, с силицидным упрочнением рассматривались в качестве подходящих для этой цели [1, 2]. Но было установлено, что они могут обеспечить достаточный уровень жаропрочности до температур не выше 1200-1300°C. При дальнейшем повышении температуры в этих сплавах заметно снижается сопротивление ползучести из-за значительного разупрочнения силицидов тугоплавких металлов. В связи с этим, поиск более жаростойких материалов продолжается. В ИФТТ РАН в связи с этой задачей изучаются сплавы на основе ниобия и молибдена с карбидным упрочнением [3]. Для карбидных фаз не характерно столь заметное разупрочнение с повышением температуры, как у силицидов. Данная работа посвящена изучению распределения ниобия и молибдена между карбидными и металлическими фазами в сплавах Nb-Mo-C.

В качестве объектов исследования были использованы сплавы системы Nb-Mo-C с эквиатомным соотношением ниобия и молибдена. Содержание углерода составило для одного из образцов 15 ат.%, для другого – 20 ат.%. Материалы для исследования были изготовлены в ИФТТ РАН путем предварительного компактирования и спекания порошковых заготовок из исходных компонентов с дальнейшим их переплавлением в установке зонной плавки электронным пучком. Полученные образцы были изучены на сканирующем электронном микроскопе Tescan VEGA II.

Структура образцов показана на Рисунке 1. В случае содержания углерода 15 ат.% она практически полностью образована эвтектической смесью твердых растворов на основе металла и на основе карбида. При повышении содержания углерода в сплаве до 20 ат.% в структуре появляется заметная доля (около 20-25 об.%) избыточных кристаллов карбидной фазы. Для изучения особенностей распределения элементов в сплаве отслеживали соотношение (R_{Nb}) атомных концентраций ниобия (C_{Nb}) и молибдена (C_{Mo}) в соответствующих фазах и структурных составляющих: $R_{Nb} = C_{Nb} / (C_{Nb} + C_{Mo})$. Исследование химического состава фаз показало, что для карбидных фаз в обоих сплавах характерно значение $R_{Nb} \sim 0,9$. В то же время, для металлического твердого раствора в изученных образцах характерно $R_{Nb} \sim 0,3-0,4$. При этом анализ среднего

химического состава эвтектики показал, что в образце с 15 ат.% углерода параметр R_{Nb} для эвтектики практически совпадает со средним для сплава в целом и составляет $\sim 0,5$.

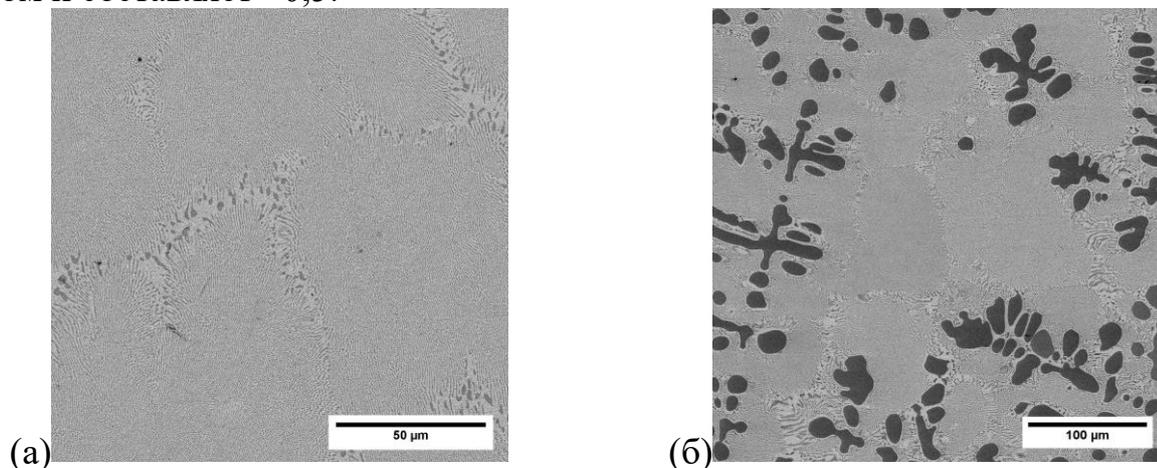


Рис.1. Изображение микроструктуры образцов в сканирующем электронном микроскопе, отраженные электроны: (а) – образец с 15 ат.% углерода, (б) – образец с 20 ат.% углерода.

При этом средний состав эвтектики в образце с 20 ат.% углерода, в структуре которого присутствует заметное количество обогащенного ниобием карбида, как оказалось, содержит меньше, чем в среднем для сплава, количество ниобия. В этом случае эвтектика характеризуется $R_{Nb} \sim 0,45$. Это согласуется с естественным балансом компонентов в сплаве. Предварительные эксперименты показывают, что, вероятнее всего, изменения среднего состава эвтектики связано с изменениями в составе твердого раствора металлов, а не карбидной фазы в эвтектике или соотношением карбидной и металлической фаз в ней. Однако изучение состава фаз, непосредственно составляющих эвтектику, чрезвычайно затруднены ее высокой дисперсностью. Для более точного установления особенностей распределения компонентов в структуре сплавов Nb-Mo-C необходимы дальнейшие исследования.

Данная работа была поддержана РФФИ, грант 19-02-00434.

Список литературы:

- [1] J.H.Schneibel, High temperature strength of Mo–Mo₃Si–Mo₅SiB₂ molybdenum silicides, Intermetallics, 2003, v.11, Issue 7, p. 625-632.
- [2] Final activity report “Ultra High Temperature Materials for Turbines”, EC contract reference: AST3-CT-2003-502977, 17 p. September 2008.
- [3] Карпов М.И., Прохоров Д.В., Внуков В.И., Строганова Т.С., Гнесин Б.А., Гнесин И.Б., Желтякова И.С., Светлов И.Л. Структура и высокотемпературные механические свойства высокоуглеродистых сплавов на основе ниобия. Деформация и разрушение материалов. 2019. №5. С. 12-18

Исследование порошков платины, полученных методом гидрометаллургического восстановления

Базуева П.А., Маркевич И.А., Сиротина Д.Ю.

*ОАО «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова», 660027, г. Красноярск,
Транспортный проезд, д. 1*

e-mail: p.bazueva@krastsvetmet.ru, i.markevich@krastsvetmet.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.11.73.040

Порошки платины широко используют в гетерогенном катализе, электронике, электротехнике и водородной энергетике. В зависимости от области применения требуются порошки с различными характеристиками, отличающиеся формой и размером частиц, насыпной плотностью, удельной поверхностью и текучестью.

Порошки платины получают пирометаллургическим, электрохимическим и гидрометаллургическим способами. Пирометаллургическим способом порошки получают путем термического разложения солей до металлов с последующим механическим измельчением металлизированного продукта. Электрохимическим восстановлением получают порошки с различными характеристиками за счет регулирования параметров электролиза. Перспективным технологическим направлением в производстве благородных металлов является гидрометаллургическая металлизация солей с получением порошкообразных материалов [1-2]. В зависимости от условий проведения процесса восстановления, а также природы реагента-восстановителя (муравьиная кислота и ее соли, водород, гидразин и его соли) изменяются параметры металлизированного порошка: форма и размер частиц, насыпная плотность и удельная поверхность.

В работе были исследованы форма и размер частиц порошков платины, полученных гидрометаллургическим восстановлением солей, в зависимости от температуры, рН среды, соотношения Т:Ж, продолжительности процесса металлизации.

Анализ платиновых порошков проводили методом растровой электронной микроскопии на микроскопе JEOL 6610 LV (Япония) с вольфрамовым катодом. Съемку выполняли в режиме вторичных электронов (SEI) в высоком вакууме с ускоряющим напряжением 10-20 кэВ при рабочем расстоянии 10 мм.

Примеры частиц порошков платины, полученных гидрометаллургическим способом при различных условиях восстановления представлены на рисунке 1.

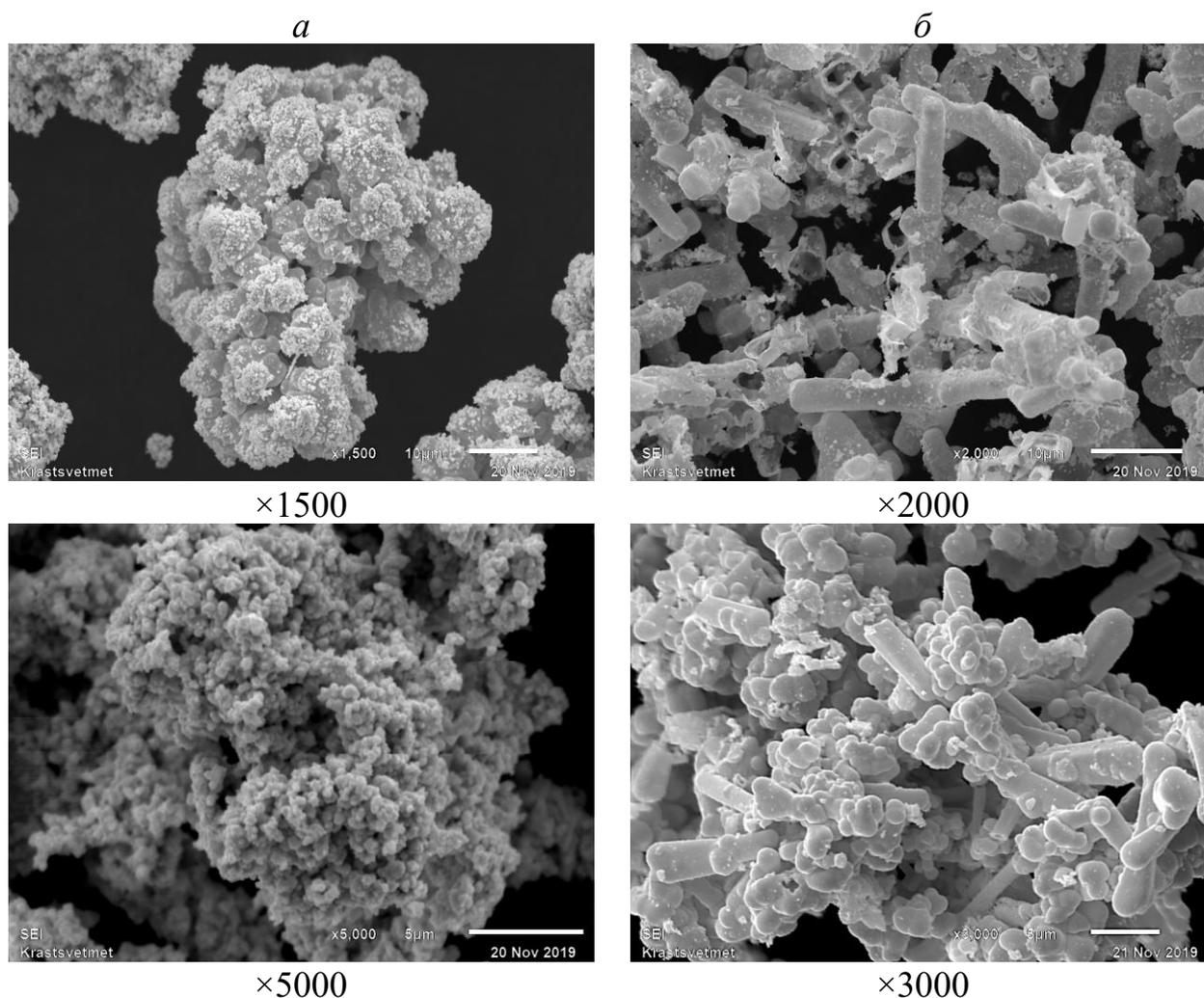


Рис.1. Частицы порошков платины, полученных гидрометаллургическим способом при различных условиях восстановления

В зависимости от условий процесса металлизации обнаружены агломераты сферических частицы размерами 30-70 мкм (рис.1, а), а также пустотелые частицы вытянутой формы длиной до 10 мкм (рис.1, б). В работе определено влияние температуры, рН среды, соотношения Т:Ж, продолжительности процесса металлизации восстановителем на морфологию и размер частиц порошков платины.

Список литературы:

- [1] Соркинова Г.А., Курские В.В., Михнев А.Д., Рюмин А.И., *Сборник тезисов XVII Международной Черняевской конференции по химии, аналитике и технологии платиновых металлов*, 2006, Москва, Россия, с226.
- [2] Рюмин А.И., Миронкина Н.В., Соркинова Г.А. *Сборник тезисов XX Международной Черняевской конференции по химии, аналитике и технологии платиновых металлов*, 2013, Красноярск, Россия, с57.

Применение метода EBSD-анализа для аттестации структур в материаловедении

Рыбин В.В.¹, Петров С.Н.², Золоторевский Н.Ю.¹, Ушанова Э.А.^{1,2}, Цеменко А.В.²

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

² НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»

e-mail: elinaus@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.12.16.067

Представлен ряд научно-исследовательских работ, выполненных в Центре коллективного пользования НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» с использованием метода сканирующей электронной микроскопии EBSD-анализа.

Методами просвечивающей электронной микроскопии и EBSD-анализа проведено систематическое исследование морфологических и кристаллогеометрических особенностей структур деформационного происхождения на макро-, мезо и микроструктурных уровнях в узкой приконтактной зоне соединения медь М1 – медь М1, полученного сваркой взрывом. На участках, непосредственно прилегающих к поверхности контакта свариваемых пластин, обнаружено явление аномальной локализации пластического течения металла, которое на макроуровне реализуется в виде образования и развития специфических структурных элементов – вихреподобных пластических струй. Изучена эволюция структур деформационного происхождения в пределах узкой приконтактной зоны по мере приближения к поверхности контакта сварного соединения медь М1 – медь М1.

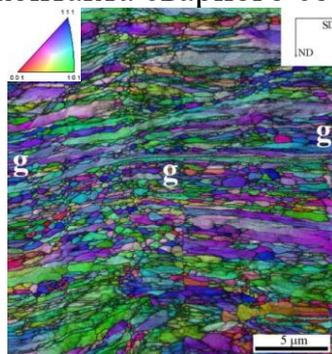


Рис. 1 Микроструктура пластической струи в соединении медь М1 – медь М1, полученного сваркой взрывом

Методом EBSD-анализа исследована микроструктура меди и алюминия после высокоскоростного нагружения методом динамического канально-углового прессования (ДКУП). Проведен локальный анализ эволюции разориентировок на отдельных границах двойников при пластической деформации меди и алюминия при ДКУП. Анализ отклонения разориентации от идеальной двойниковой границы показал, что деформационные двойники в меди появляются в основном на конечной стадии деформации; образование

деформационных двойников в алюминии может происходить как на ранних стадиях ДКУП, так и на более поздних этапах.

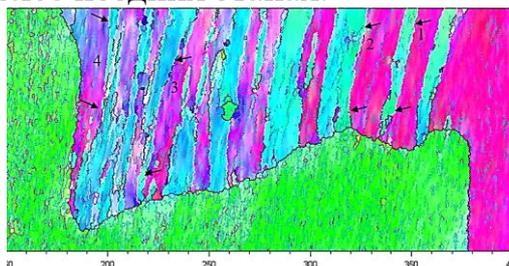


Рис. 2 Микроструктура алюминия после ДКУП, $N=1$

Рассмотрен метод обработки данных EBSD-анализа – GAM (Grain Average Misorientation), используемый для панорамного кристаллографического анализа бейнитных и мартенситных структур, основанный на отображении кривизны кристаллической решетки и позволяющий идентифицировать разновидности α -фазы, а также определять их объемные доли. Метод успешно опробован на легированных высокопрочных сталях, для которых с помощью дилатометрии и экспертной оценки металлографических изображений была построена характеристическая шкала кривизны решетки, интервалы которой отвечают различным структурным типам бейнита и мартенсита.

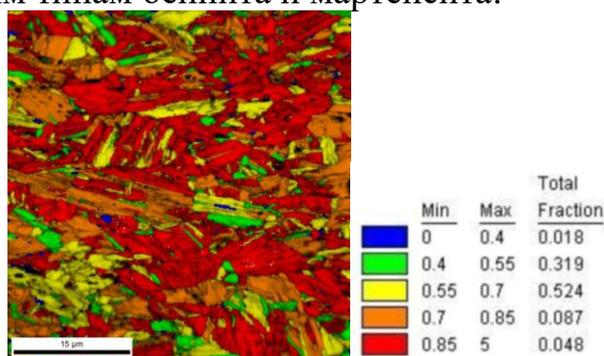


Рис.3 GAM-карта для стали

Разработан экспресс-метод восстановления границ и кристаллографической ориентировки бывшего аустенитного зерна в сталях бейнитно-мартенситного класса с использованием стандартного программного обеспечения для обработки данных EBSD-анализа. Использование предлагаемого метода позволяет определить структуру бейнитно-мартенситных сталей перед началом $\gamma - \alpha$ превращения, а также рекристаллизационные процессы в аустенитной области.

Список литературы:

- [1] В.В. Рыбин, Э.А. Ушанова, Н.Ю. Золоторевский, ЖТФ, Т. 83. Вып. 9, 63–72 (2013).
- [2] С.Н. Петров, А.В. Пташник, МиТОМ, № 5 (767), 15 – 21 (2019).
- [3] Зисман А.А., Петров С.Н., Пташник А.В., Металлург, №.11, 91 – 95 (2014).
- [4] N.Y. Zolotovskiy, V.V. Rybin, E.A. Ushanova et al., Letters on materials, 7 (4), 363 – 365 (2017).

**Электронная микроскопия в химии, геологии и
изучении предметов искусства**

Растровая электронная микроскопия и другие комплементарные методы в комплексном изучении чернильных новгородских берестяных грамот XIV-XV веков

Созонтов Е.А.¹, Преснякова Н.Н.¹, Пахунов А.С.², Грешников Э.А.¹, Малахов С.Н.¹,
Гайдуков П.Г.²

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

²Институт археологии РАН, Москва

e-mail: Sozontov_EA@nrcki.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.28.89.030

Быстро растущее число инновационных аналитических методов постоянно совершенствуется и оптимизируется для анализа материалов культурного наследия [1,2]. Следует отметить, что методы растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа широко используются при изучении объектов культурного наследия фактически с начала коммерческих продаж электронных микроскопов [3]. В настоящей работе мы развиваем естественнонаучный подход для исследования письменных памятников культурного наследия, используя комплекс комплементарных аналитических методов исследования с фокусом на неразрушающие методы.

Объектами изучения были уникальные образцы письменной культуры Древней Руси - новгородские берестяные грамоты, текст которых предположительно написан чернилами. Таких “чернильных” грамот в новгородской коллекции рукописей на бересте известно всего три: №1089 - вторая половина XIVв., №496 - вторая четверть XVв., №13 - вторая четверть XVв., одна из которых (грамота №13) считается утерянной. Задачами работы были: изучение и анализ элементного состава предполагаемых чернил и бересты как основы для письма. Развитие методов цифровой визуализации фрагментов угасшего текста на бересте также входило в задачу работы.

Для грамоты №1089 второй половины XIV века определен элементный состав и проведено элементное картирование участков поверхности, включая области нанесенных букв и области основы пробкового слоя бересты вне текста. Визуализированы нечитаемые буквы текста с использованием техники мультиспектрального фотографирования. На основании детального анализа процесса нанесения текста и природы формирования цветового контраста букв на берестяной грамоте №1089 мы пришли к заключению и подтвердили экспериментально на тестовых образцах сравнения, что буквы на изучаемой берестяной грамоте могли быть нанесены пишущим инструментом (писалом) с широкой (~1мм) рабочей кромкой с использованием приема механического вдавливания (Рис.1) без применения специально приготовленных чернил. Формирование цветового контраста букв связано с процессом самоокрашивания природными органическими красителями в процессе разрушения субериновой структуры межклеточных стенок пробкового слоя бересты при механическом

вдавливании пишущего инструмента. В результате проведенных исследований грамоты №496 второй четверти XV века проведена визуализация скрытых фрагментов угасшего и плохо читаемого текста методом мультиспектрального анализа. Полученные экспериментальные данные позволяют сделать заключение, что грамота №496 действительно написана специально приготовленными чернилами. Определен состав используемых чернил, а также вероятный тип используемого пишущего инструмента.

Насколько нам известно, данная работа является первым комплексным аналитическим исследованием чернильных новгородских берестяных грамот как объектов письменной культуры Древней Руси.



а

б

в

Рис.1. Технические приемы нанесения букв на бересте.

а) техника прорезания/процарапывания (грамота № 1079, б) техника продавливания пишущим инструментом, природный краситель (грамота № 1089), в) специально приготовленные чернила, гусиное перо (грамота № 496)

Список литературы:

- [1] G. Artioli, *Scientific Methods and Cultural Heritage: An introduction to the application of materials science to archaeometry and conservation science*. Oxford University Press, New York, 2010.
- [2] M. Cotte, A. Genty-Vincent, K. Janssens, and J. Susini, *C. R. Physique*, **19(7)**, 575, 2018.
- [3] A. Vasiliev, M. Kovalchuk, and E. Yatsishina, *Crystallography Reports*, **61**, 873, 2016.

Данная работа была выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 17-29-04476 офи-м) и частичной финансовой поддержке НИЦ «Курчатовский институт». Образцы для исследований предоставлены Институтом археологии РАН в рамках Соглашения о научном сотрудничестве НИЦ «Курчатовский институт» и ИА РАН.

Комплексный подход к исследованию бисера из навеса Мешоко

Чугунова К.С.¹, Григорьева И.А.¹, Лукашова М.В.²

¹ Государственный Эрмитаж, 190000, Санкт-Петербург, Дворцовая наб., 34;

² ООО «Тескан», 195220, Санкт-Петербург, Гражданский пр., 11

e-mail: askachu@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.43.35.031

Настоящая работа посвящена исследованию бисерин, обнаруженных Закубанской археологической экспедицией Государственного Эрмитажа (2016 г.), в позднеэнеолитическом слое навеса Мешоко, Майкопский район Республики Адыгея. Данный слой датируется второй четвертью 4 тыс. до н.э. [1].

При работе с предметами музейных коллекций предпочтение отдаётся неразрушающим методам анализа и комплексному подходу к исследованиям. Исследование проводилось следующими методами: сканирующая электронная микроскопия (Zeiss EVO-MA-25; TESCAN LYRA 3 GMH) с применением рентгеноспектрального микроанализа и системы анализа картин дифракции отражённых электронов (EDS X-Max 80 и EBSD NordlysNano, Oxford Instruments), рентгенофлуоресцентный анализ (μ XRF-спектрометр ArtTAX, RÖNTEC, Bruker), рентгенофазовый анализ (D/max RAPID-II, Rigaku), спектроскопия комбинационного рассеяния (конфокальный КР-микроскоп Senterra, Bruker), инфракрасная Фурье-микроспектроскопия (ИК-Фурье спектрометр Tensor 37 с микроскопом Hyperion 1000, Bruker), оптическая микроскопия (Leica M60, Zeiss Stemi 508).

В ходе исследования установлено, что бисерина 5541¹ изготовлена из раковин моллюсков. При интерпретации результатов исследования пяти других бисерин (6824, 6844, 6864, 6877 (рис. 1, 1), 6879) возникли затруднения [2]. Согласно данным рентгеноспектрального микроанализа и рентгенофазового анализа материал оставшихся пяти бисерин относится к силикатам группы пироксена (наиболее вероятно энстатит $Mg_2Si_2O_6$). Кроме основной фазы также присутствуют: тальк ($Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$), кальцит ($CaCO_3$), полиморфная модификация диоксида кремния — кварц и/или кристобалит (SiO_2).

Нам неизвестны случаи использования энстатита в качестве поделочного камня в древности. В этой связи следует отметить, что энстатит подвержен выветриванию и замещению с образованием серпентина (змеевика $(Mg, Fe)_2 3Si_2O_5(OH)_4$). В свою очередь серпентин под воздействием температуры переходит в тальк. В пользу версии о серпентине свидетельствует волокнистое строение материала бисера (рис. 1, 2), а также его плотность.

Электронная микроскопия позволила проследить процессы деградации камня бисерин № 6844 и 6877 (рис. 1). Для изучения слоистого строения фрагментированной бисерины 6877 на ее поверхности был вытравлен

¹ В работе приводим полевые номера находок.

локальный микрошлиф (60 мкм × 30 мкм) с помощью ионной колонны двулучевого сканирующего электронного микроскопа TESCAN LYRA. На стенке микрошлифа отчетливо видно, что верхний слой, во-первых, имеет строение, отличное от строения основы, а во-вторых, отделен от основы промежуточным слоем (рис. 1, 2). Наличие промежуточного слоя может говорить о том, что процесс деградации продолжается. Таким образом, в отличие от традиционного способа изготовления шлифов с заливочными компаундами, использование метода ионного травления для получения локального микрошлифа оставляет объект исследования неповреждённым, что является основным требованием при работе с музейными коллекциями.

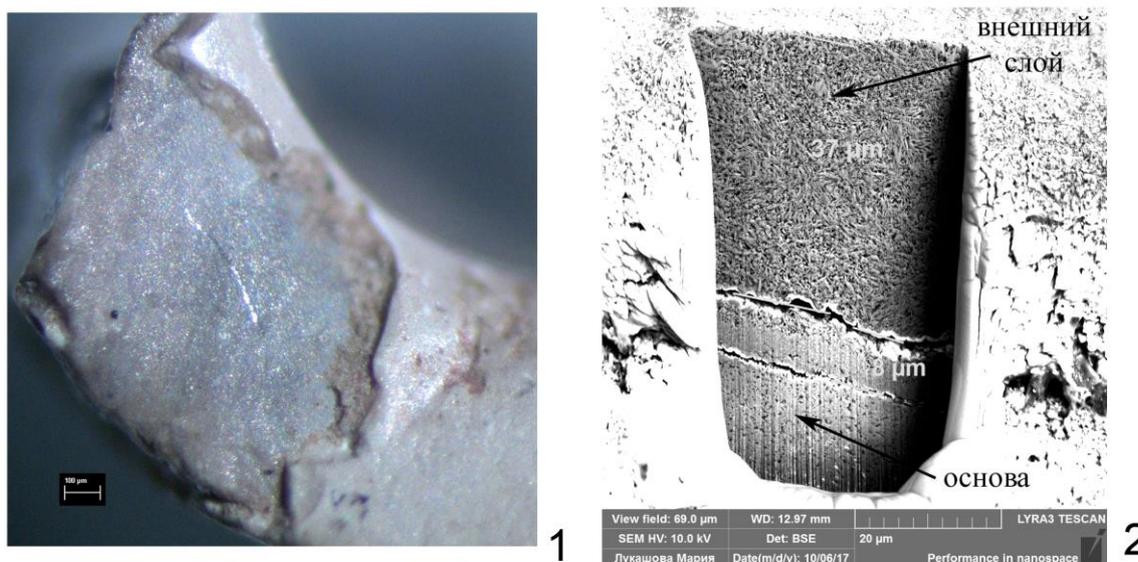


Рис.1. Бисерина (6877):

- 1 – поверхность бисерины с частично разрушенным внешним слоем;
2 - микрошлиф, выполненный ионным пучком

Благодарности: Выражаем свою благодарность хранителю Государственного Эрмитажа С.М. Осташинскому за помощь в работе с музейной коллекцией.

Список литературы:

- [1] С.М. Осташинский, Е.А. Черленок. Работы Закубанской экспедиции Государственного Эрмитажа в 2016 году. *Археологический сборник. Вып. №42. Материалы и исследования по археологии Евразии.* Санкт-Петербург, издательство Государственного Эрмитажа, 2019. С. 56-65.
- [2] К.С. Чугунова, И.А. Григорьева, М.В. Лукашова. Исследование материала бисера из раскопок навеса Мешоко. Предварительные результаты. *Археологический сборник. Вып. №42. Материалы и исследования по археологии Евразии.* Санкт-Петербург, издательство Государственного Эрмитажа, 2019. С. 67-72.

Автоматический поиск и анализ частиц Aztec Feature при изучении редкометальной минерализации золото-серебряных руд

Зобенько О.А.^{1,2}, Лукашова М.В.³, Округин В.М.^{1,2}, Заикина А.В.³, Философова Т.М.¹

¹Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, 683009, г. Петропавловск-Камчатский, бульвар Пийпа 9, Россия

²Камчатский Государственный Университет им. Витуса Беринга, 683032, г. Петропавловск-Камчатский, ул. Пограничная 4, Россия

³ООО «Тескан», 195220, г. Санкт-Петербург, Гражданский проспект 11, Россия
e-mail: zobenko.olesya@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.39.032

Локальные методы физико-химического анализа играют важную роль в изучении вулканогенных гидротермальных комплексных Au-Ag месторождений, руды которых отличаются сложным минеральным составом, неоднородным строением минералов и широкими вариациями химического состава.

Тонкозернистое строение, мелкие размеры и схожая электронно-оптическая яркость на BSE изображении при абсолютно разном химическом составе затрудняют диагностику и оценку масштабов распространения рудных минералов.

Ярким примером сложных по строению и разнообразию минеральных фаз служат руды Au-Ag месторождения Бараньевское (Балхачский золоторудный узел, Центральная Камчатка) [1].

Методами аналитической сканирующей электронной микроскопии (Vega 3 Tescan) были изучены руды с сульфидной минерализацией (халькопирит (CuFeS_2), тетраэдрит ($\text{Cu}_{12}\text{Sb}_4\text{S}_{13}$), сфалерит (ZnS), галенит (PbS)). При этом был обнаружен редкий для Камчатки минерал индия – рокезит (CuInS_2), образующий микровключения в тетраэдрите размером от 3 до 10 мкм.

С целью подтверждения наличия рокезита была использована система автоматического поиска и анализа микрочастиц AZtec Feature (Oxford Instruments). Исследование выполнялось на сканирующем электронном микроскопе с катодом с полевой эмиссией Lyra 3 XMH Tescan, оснащённом EDS-спектрометром.

Обычно калибровку системы для нахождения оптимальных значений яркости и контрастности BSE-изображения проводят на специальном калибровочном образце. В данном случае такой способ не дал ожидаемого результата. Сложность заключалась в том, что в режиме BSE рокезит и тетраэдрит практически неотличимы, так как у этих минералов близкий средний атомный номер. Настройку выполнили на ранее диагностированном микровключении рокезита, так чтобы разница яркости и контрастности между минералами была как можно больше.

В результате автоматического поиска рокезит был обнаружен во всех исследуемых образцах.

Индий относится к числу редких и рассеянных металлов. Он редко образует собственные минеральные формы, и обычно присутствует в качестве изоморфной примеси. Традиционными методами минераграфии диагностика минералов индия и масштабов их распространения крайне затруднительна.

Выполненное исследование показывает важность и эффективность применения современных методов физико-химического анализа при изучении комплексных золоторудных объектов с редкометальной минерализацией.

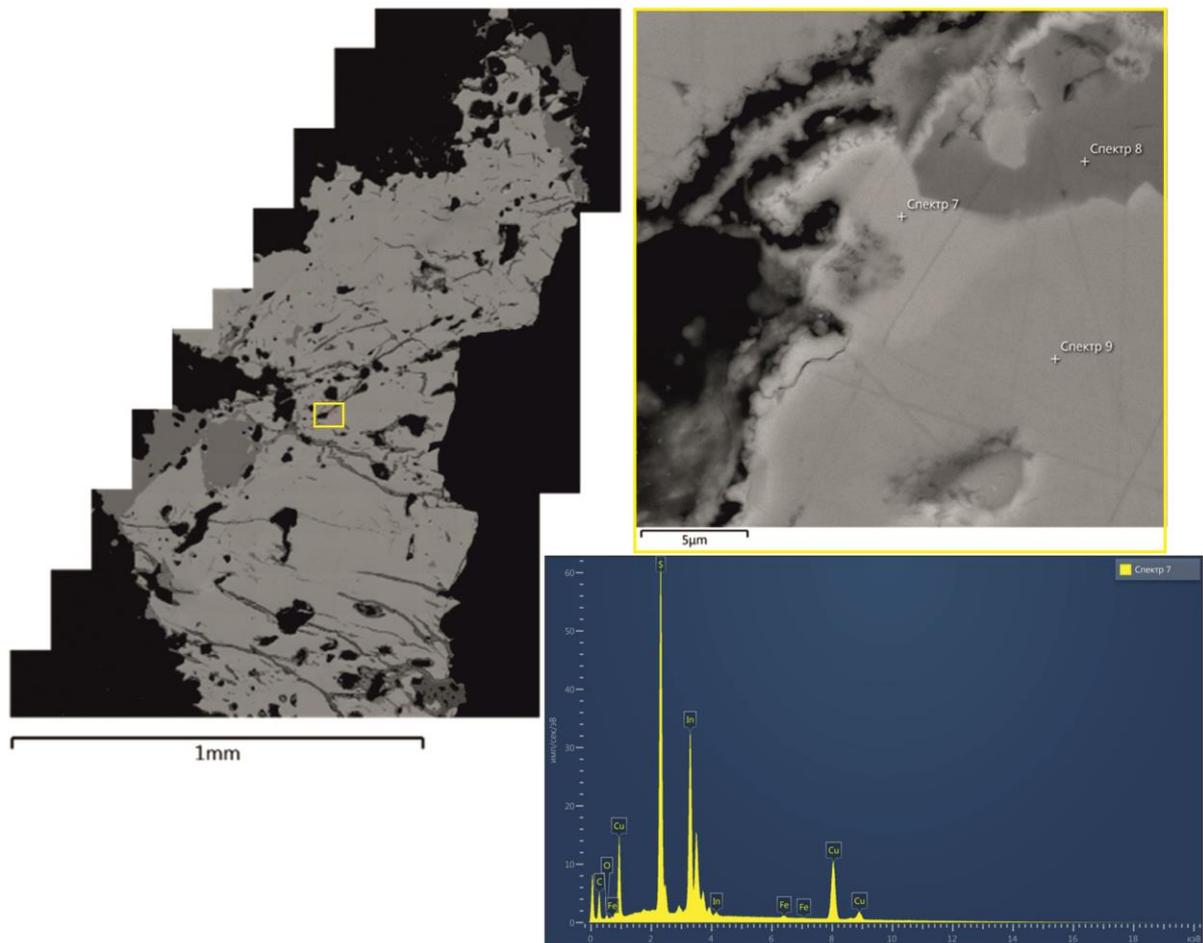


Рис.1. “Микровключение рокезита (спектр 7) в тетраэдрите (спектр 9) в сростании с халькопиритом (спектр 8). Фото BSE SEM (Lyra 3 Tescan)”

Список литературы:

- [1] Большаков Н.М., Фролов А.И., Минеев С.Д., Газизов Р.Б., Безрукова Л.А., Округин В.М. Геологическое строение золоторудного месторождения Бараньевское (Центральная Камчатка), *Отечественная геология*, №4, с. 15-22 (2010).

**Электронная и ионная литография.
Микроскопия в современных технологиях**

Дефектообразование в подложке при экспонировании резиста ионами галлия

Шабельникова Я.Л., Зайцев С.И.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН

e-mail: janeshabeln@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.46.66.033

В настоящее время остророфокусированные пучки ионов широко используются для модификации механических [1], оптических [2], электрических [3] и химических [4] свойств материалов, а также для создания наноструктур [5]. Одним из способов наноструктурирования является метод ионной литографии, в котором пучком частиц облучается слой чувствительного материала (резиста) [6]. Растворимость экспонированных областей материала повышается (или, наоборот, уменьшается в случае негативного резиста), поэтому в процессе обработки в проявителе они (или, наоборот, необлученные участки) удаляются, и на подложке получается заданный шаблон. Преимуществом этого метода перед ионным травлением [7] и осаждением разлагаемого материала под действием пучка (метод Ion Beam Induced deposition или IBID [8]) является более высокая производительность, так как практически вся энергия пучка тратится на модификацию резиста, а перед методом электронной литографии – еще и отсутствие паразитной засветки вторичными и обратнорассеянными частицами. Возможность локально модифицировать свойства резиста, а значит, и характерные размеры изготавливаемых в ходе литографического процесса структур, определяется размерами области, в которой поглощается энергия ионного пучка. Ранее было показано [9], что и глубина, и ширина этой области уменьшаются с ростом атомного номера иона Z и для $Z > 20$ имеют характерные значения порядка десятков нанометров. Это свидетельствует о преимуществах использования галлиевых пучков, перед пучками более легких ионов гелия или неона. Однако в контексте применения ионов Ga^+ к созданию структур для наноэлектроники несомненную важность приобретает вопрос о загрязнении подложки атомами галлия и ее повреждении при экспонировании.

В этой связи было предпринято моделирование распределения атомов галлия, попавших в подложку, а также образовавшихся в ней дефектов Френкеля в результате экспонирования резиста ПММА ионами с энергией 30кэВ и дозой $0.15 \mu C/sm^2$, которая согласно проведенным ранее экспериментам [9] достаточна для проявления слоя резиста толщиной 50нм. При моделировании был использован программный пакет TRIM, рассчитывающий траектории ионов по методу Монте-Карло. Далее траектории обрабатывались с помощью написанного а пакете Матлаб кода с целью получить распределение по глубине остановившихся в данном слое ионов галлия.

Профили концентрации дефектов представлены на рисунке 1. Концентрация внедренных атомов, как и дефектов Френкеля максимальна в приповерхностном слое кремниевой подложки. При этом концентрация галлия имеет порядок 10^{17} , а френкелевских пар на три порядка больше, примерно 10^{20} . Однако обе эти величины на несколько порядков меньше концентрации атомов матрицы (кремния). Концентрация френкелевских пар оценивалась по числу смещенных атомов, поэтому участок кривой на рис. 1 (b) для ПММА характеризует количество смещенных атомов в одном см^3 .

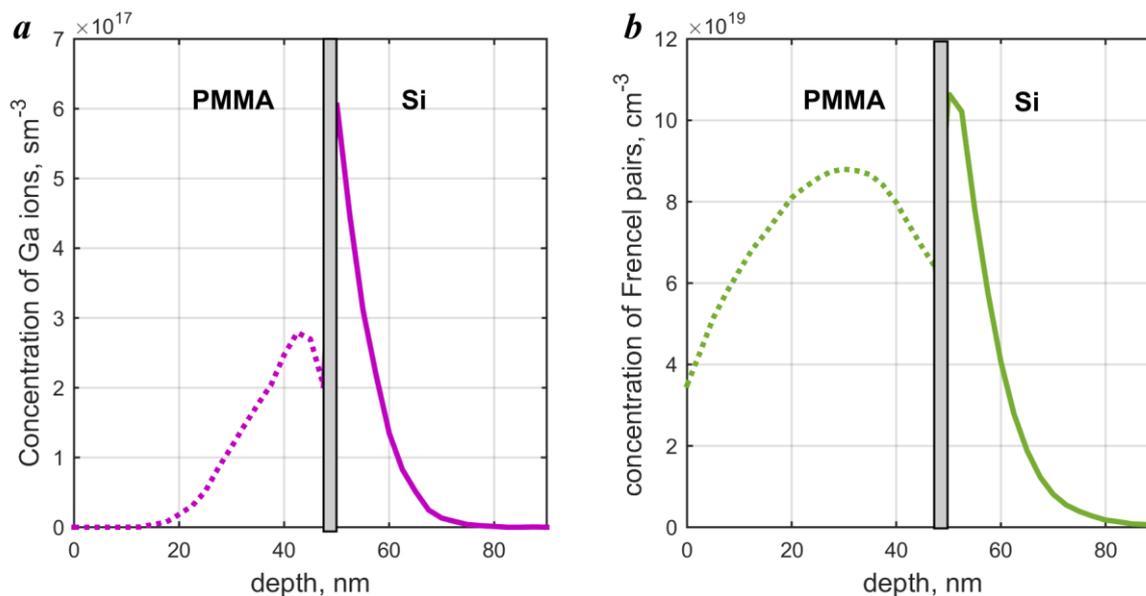


Рис.1. Концентрация внедренных атомов Ga (a) и френкелевских пар (b) в зависимости от глубины.

Данная работа была поддержана РФФИ, грант № 18-07-01402-а.

Список литературы:

- [1] A. Hedler, S. Klaumünzer, W. Wesch, *Nat. Mater.*, **3**, 804 (2004).
- [2] L.Y. Shang, D. Zhang, B.Y. Liu, *Phys. E*, **81**, 315 (2016).
- [3] N. Kumar, R. Kumar, S. Kumar et al, *Radiat. Phys. Chem.*, **119**, 44 (2016).
- [4] W. Möller, A. Johannes, C. Ronning, *Nanotechnology*, **27**, 175301 (2016).
- [5] A. Johannes, S. Noack, W. Wesch, M. Glaser, A. Lugstein, C. Ronning, *Nano Lett.*, **15**, 3800 (2015).
- [6] R.L. Seliger, R.L. Kubena, R.D. Olney et al, *J. Vac. Sci. Technol.*, **16**, 1610 (1979).
- [7] Y. Kudriavtsev, A. Villegas, A. Godines, R. Asomoza, *Applied Surface Science*, **239**, 273 (2005).
- [8] J.S Ro, C.V. Thompson, J. Melngailis, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **12**, 73 (1994).
- [9] С.И. Зайцев, Я.Л. Шабельникова, *Международный форум МИКРОЭЛЕКТРОНИКА 2019, Школа молодых ученых 2019*, 23-25 сентября 2019г, пгт Гурзуф, Ялта, Крым, 66 (2019).

Оптимизация электронно-оптической системы электронного литографа для экспонирования шаблонов.

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

ФГБУН ИПТМ РАН
e-mail: kazmiruk@iptm.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.79.60.034

В докладе представлена модификация высоковольтного многоколонного электронного литографа [1], оптимизированного для производства шаблонов с технологической нормой 65 нм. Основные технические характеристики приведены ниже:

Ускоряющее напряжение, кВ	30-50
Количество колонн	4 (2)
Ток пучка каждой колонны, нА	300
Диаметр пучка, нм при токе 300 нА	30
Размер шаблона, мм x мм	153 x 153
Размер поля экспонирования, мм x мм	128x108 (153x153)
Диаметр колонны, мм	64 (76)
Тактовая частота генератора изображения, МГц	800

В скобках указаны значения соответствующих параметров для предыдущей версии.

Для оптимального размещения электронных пучков над полем экспонирования 128 x 108 мм² диаметр колонн был уменьшен с 76 мм до 64 мм, что позволило разместить по 2 колонны вдоль длинной стороны этого поля (см. рис.1). По сравнению с аналогичной одноколонной системой такое решение позволяет повысить производительность в 2 раза для 2-х лучевой версии и примерно в 3,5 раза – для 4-х лучевой.

Уменьшение геометрических размеров электронно-оптической системы (ЭОС) привело к необходимости внесения ряда принципиальных изменений в конструкцию всех ее элементов.

Во-первых, для предотвращения насыщения магнитопровода и связанных с этим паразитных магнитных полей внутри линзы были оптимизированы форма и размеры магнитопроводов всех линз. В частности, высота магнитопровода объективной линзы была уменьшена со 120 мм до 80 мм, что привело к его более эффективному использованию. В результате, для обеспечения требуемого поля в

зазоре линзы, требуется меньший ток возбуждения и исключается выход магнитного потока через стенки магнитопровода.

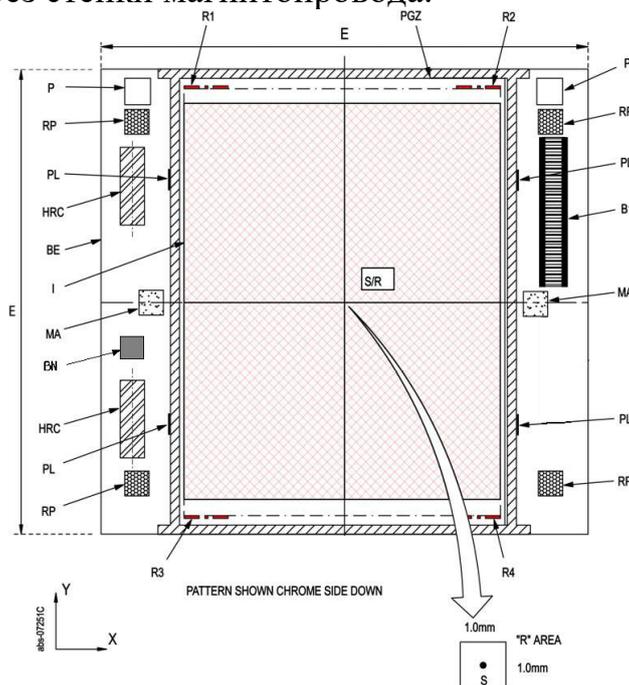


Рисунок 1. Эскиз фотошаблона. Поле экспонирования ($128 \times 108 \text{ мм}^2$) заштриховано

Во-вторых, была принципиально изменена система позиционирования электронного пучка. Вместо двухъярусной электростатической системы использована комбинированная система из электростатических и магнитных deflectоров.

Электростатические deflectоры, используемые для экспонирования рисунка, расположены симметрично относительно главной плоскости ОЛ, что позволило существенно снизить aberrации отклонения на поле экспонирования $200 \times 200 \text{ мкм}^2$. Двухъярусная магнитная система отклонения используется для коррекции погрешностей положения стола и связана с лазерными интерферометрами.

И, наконец, вместо отдельных источников высокого напряжения для каждого катода используется единый источник для всех катодов. При этом обеспечивается отдельное управление током накала и током эмиссии каждого катода.

Все расчеты электронно-оптических параметров проводились с использованием программы EOD [2].

Список литературы:

- [1] В.В. Казмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая и др. 2-й международный форум "Техноюнити - ЭЛТМ 2017", Зеленоград, 54 (2018).
- [2] V. Lencová, J. Zlámal. *Physics Procedia*, vol. 1, 315-324, (2008)

9 сентября

Приглашённые доклады

Магнитно-резонансная силовая микроскопия ферромагнитных тонкопленочных наноструктур

Миронов В.Л.

*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород
e-mail: mironov@ipmras.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.70.99.035

Доклад посвящен относительно новому методу диагностики высокочастотных резонансных колебаний намагниченности в ферромагнитных наноструктурах - магнитно-резонансной силовой микроскопии [1]. В магнитно-резонансном силовом микроскопе (МРСМ) регистрируется силовое взаимодействие магнитного зонда с образцом при возбуждении ферромагнитного резонанса с помощью СВЧ накачки. В наших исследованиях мы использовали МРСМ на базе зондового микроскопа “Solver HV” (совместная разработка ИФМ РАН и НТ-МДТ) [2]. Применение магнитных зондов с различной ориентацией магнитного момента позволяет эффективно исследовать ферромагнитный резонанс в наноструктурах с плоскостной и перпендикулярной анизотропией [3]. В частности, нами проведены МРСМ исследования микрополосок NiFe с плоскостной анизотропией и многослойных пленочных структур Co/Pt с перпендикулярной осевой анизотропией. На примере данных структур анализируются особенности магнитного взаимодействия зонда с образцом и его влияние на МРСМ спектры [4]. Описываются алгоритмы моделирования МРСМ отклика и расчетов МРСМ спектров, а также пространственных распределений амплитуды резонансных колебаний намагниченности образца.

Особенно эффективны методы МРСМ при исследовании локализованных резонансных колебаний, связанных с доменными стенками. В частности нами был предсказан и экспериментально зарегистрирован резонанс 60° доменной стенки в V-образной планарной нанопроволоке [5].

Обсуждаются достоинства и недостатки альтернативных методов регистрации резонансных колебаний намагниченности ферромагнитных наноструктур с помощью узкополосных и широкополосных спектрометров.

Данная работа поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований (проект № 18-02-00247).

Список литературы:

- [1] Z. Zhang, et al., Applied Physics Letters. **68**, 2005 (1996).
- [2] Е.В. Скороходов и др., Приборы и техника эксперимента, № 5, 140 (2018).
- [3] E.V. Skorokhodov, et al., J. Magn. Magn. Materials, **491**, 165538 (2019).
- [4] Е.В. Скороходов и др. // Физика Твёрдого Тела, **60**(11), 2213 (2018).А.
- [5] A. Volodin, et al., Applied Physics Letters, **113**, 122407 (2018).

Сканирующая зондовая микроскопия

Магнито-силовая микроскопия от магнитомеченных клеток до спеченных магнитов и элементов спинтроники

Коплак О.В.

Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка
o.koplak@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.17.72.036

Изющество метода магнито-силовой микроскопии (МСМ) заключается в том, что кроме рельефа поверхности с помощью магнитного кантилевера возможно прецизионное сканирование магнитного рельефа образца и получение 3D картины поля рассеяния. Подбор магнитных кантилеверов с разной намагниченностью и разным активным объёмом острия, позволяет получить хорошее пространственное разрешение и высокую чувствительность регистрации силового взаимодействия зонда с магнитным полем исследуемого образца. Доменная структура реальных образцов может быть сложной и зависит от магнитокристаллической анизотропии, размеров, формы и тд (Рис.1). В работе показано особенности применения метода магнито-силовой микроскопии при исследовании как одиночных функционализированных суперпарамагнитных частиц Fe_2O_3 (микробусин), так и инкорпорированных в клетки HeLa (Рис.1 *a-d*) [1]. Представлен метод калибровки магнитного кантилевера для количественной оценки магнитного момента одной магнитной частицы или микробусины. В ферромагнитных пленках $\text{Gd}_{21.6}\text{Fe}_{67.8}\text{Co}_{10.5}/\text{IrMn}$ методом МСМ определено локальное изменение намагниченности и показано, что фемтосекундная лазерная инженерия пленок $\text{GdFeCo}/\text{IrMn}$ открывает путь для контроля энергетического баланса между магнитной анизотропией, обменным взаимодействием и энергией Зеемана и удобна для создания сепарированных секторов для захвата, хранения и анализа ферромагнитных наночастиц или магнитомеченных объектов (Рис.1 *e-f*) [2, 3]. Оценено поле размагничивания отдельной ячейки и ее способность удерживать микронные биологические объекты. Показано, что метод магнито-силовой микроскопии идеально подходит при исследовании доменной структуры спеченных магнитов $(\text{PrDy})(\text{FeCo})\text{B}$ [4]. МСМ режим сканирования позволяет получить распределение второй пространственной производной магнитного поля вблизи поверхности образца и тем самым определить границы равноосных зерен и полосовые домены, оценить их средний линейный размер (Рис.1 *g-h*). Наличие преимущественной ориентации зерен (текстуры) индуцирует разную доменную структуру, что отчетливо видно на магнитном контрасте. При помощи МСМ можно получить представления о магнитном рельефе одиночной доменной стенкой. Сравнение магнитных профилей позволяет определить тип стенки Блоха или Нееля, оценить ее ширину и поле рассеяния доменной стенки.

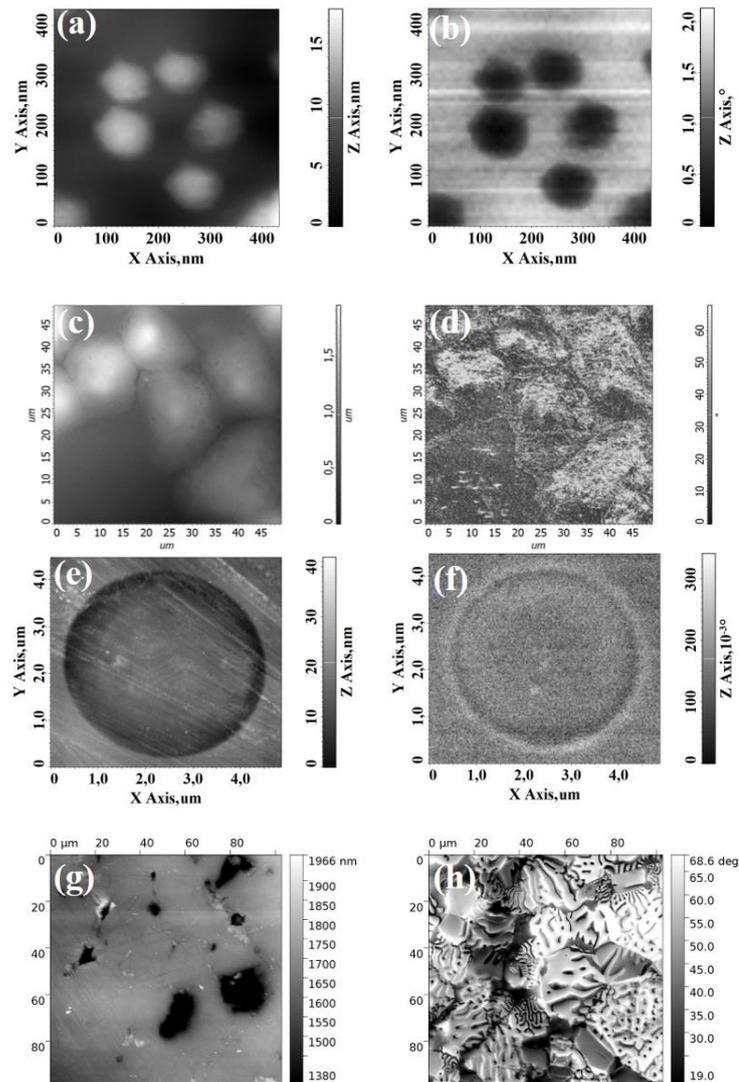


Рис. 1. 2D – изображения, полученные в режимах ACM (a, c, e, g) и MCM (b, d, f, h): (a, b) частицы Fe_2O_3 ; (c, d) живые клетки HeLa – аденокарцинома шейки матки человека, полученные из коллекции клеточных культур позвоночных; (e, f) ячейка, выжженная фемтосекундным лазерным импульсом и полностью оптическое перемагничивание ферромагнитных пленок GdFeCo/IrMn; (e, f) Спеченные магниты $(PrDy)(FeCo)B$ и их доменная структура.

Список литературы:

- [1] O.Koplak, et al., Superlattices and Microstructures, **121**, 23-32 (2018).
- [2] O.Коплак, и др., Письма в ЖЭТФ, **109**(11), 753 – 760 (2019).
- [3] O.Koplak, et al., Applied Surface Science, **493**, 470–477 (2019).
- [4] V.Kucheryaev, et al., Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, **12**(5), 939–943 (2018).

Данная работа выполнена по теме государственного задания, № государственной регистрации 0089-2019-0011.

Определение механических свойств многослойных материалов методом атомно-силовой спектроскопии

Маханек А.А.¹, Мельниковва Г.Б.¹, Петровская А.С.¹, Чижик С.А.¹

¹ГНУ «Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси»
e-mail: galachkax@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.30.75.037

Несмотря на достижения в области применения сканирующей зондовой микроскопии, остается много нерешенных проблем, т. к. при использовании данного метода исследователи сталкиваются с вопросами сравнительной характеристики получаемых данных локальных механических свойств материалов, оценки их распределения не только по исследуемой поверхности, но и по глубине объекта. Актуальным является количественное описание механических свойств двухслойных материалов нанометровой толщины на основании данных статической силовой спектроскопии.

Используемые модели, основанные на модели Герца, не учитывают силы адгезии наконечника зонда и исследуемого материала и не могут быть непосредственно применены в случаях значительного влияния адгезионных сил на величину относительно малых деформаций исследуемого материала. Получение достаточно малых деформаций в ходе исследования механических свойств тонких полимерных пленок обусловлено необходимостью предотвращения их деструкции в ходе исследования из-за продавливания или смещения (проскальзывания) пленки по подложке. В случае многослойного материала, также как и для однородного материала, возможно совместное использование модели Герца наряду с учетом сил адгезии при выборе точки контакта согласно модели Джонсона-Кенделла-Робертса и внесении соответствующей поправки в величину измеряемой силы (величина измеряемой силы корректируется на величину $(8F_a)/9$), F_a – сила отрыва зонда от образца.

Одной из моделей, применимой для определения механических свойств мягких пленок на жесткой подложке является модель Hsueh-Miranda [1], которая описывает взаимодействие зонда атомно-силового микроскопа с плоским двухслойным образцом: тонкой пленкой нанометровой толщины на поверхности подложки, толщиной в сотни раз выше, чем покрытие. Данная модель позволяет определить модуль упругости пленки E_c и подложки E_s , а также толщину пленки H из анализа данных статической силовой спектроскопии.

Согласно рассматриваемой модели модуль упругости пленки связан с эффективным модулем упругости выражением $E_c = \alpha^{-1} E_{eff}$, а эффективный модуль упругости E_{eff} вычисляется согласно модели Герца.

Влияние поправки α^{-1} на E_{eff} показано на рисунке 1, а пример определения толщины пленок при разной величине нагрузки – на рисунке 2.

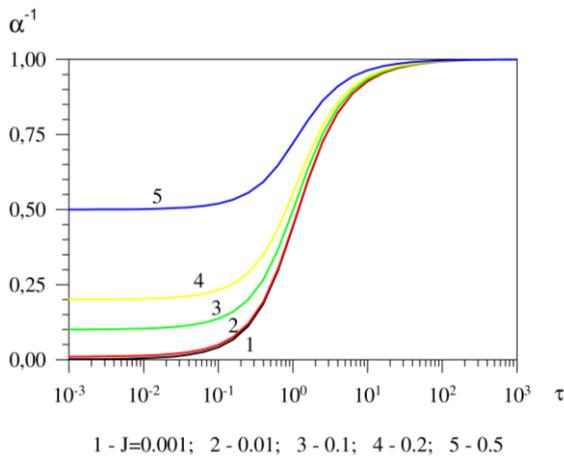


Рис.1. Зависимость поправки в E_{eff} от отношения толщины пленки к радиусу пятна контакта и параметра $J = E_c / E_s$

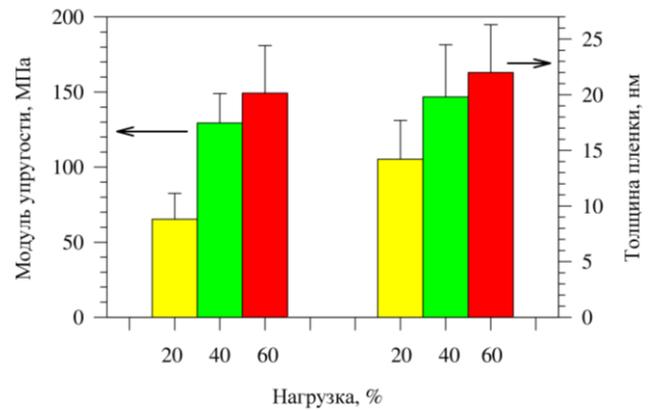


Рис.2. Влияние нагрузки на результат измерения модуля упругости и толщины пленки на кремниевой подложке

Алгоритм совместного определения модулей упругости пленки и подложки, а также толщины пленки основан на минимизации следующей целевой функции:

$$\Phi(E_c, E_s, H) = \sum_n (E_{c,n} - E_c)^2 = \min$$

Данная задача решалась методом Хука-Дживса. Локальное значение модуля упругости является известной функцией от известных $(F_n, \delta_n, R, \nu_c, \nu_s)$ и искомым (E_c, E_s, H) параметров: $E_{c,n} = f(F_n, \delta_n, R, \nu_c, \nu_s, E_c, E_s, H)$. Если подложка жесткая и ее деформацией можно пренебречь, тогда $J \approx 0$ и параметр E_s исключается из оптимизационной задачи.

С использованием данного подхода для тонких пленок поливинилкарбазола на кремнии, сформированных методом спин-коатинга, на основании данных статической силовой спектроскопии (НТ-206, ОДО «Микротестмашины», РБ) был рассчитан модуль упругости и толщина пленки, которые составили 135 МПа и 20 нм, соответственно. Показано (рисунок 2), что при нагрузке кантилевера 20 % от максимальной наблюдается существенное занижение измеряемых значений модуля упругости и толщины пленки. Нагрузки 40 и 60 % дают достоверно не различимые результаты и являются оптимальными при использованном в эксперименте кантилевере с жесткостью 3 Н/м и радиусе кривизны острия 20 нм.

Данное исследование было выполнено в рамках задания 3.03 ГПНИ «Конвергенция-2020», подпрограмма «Объединение».

Список литературы:

- [1] Ch.-H. Hsueh, P.Miranda J. Mater. Res. **19**, 94–100 (2004)

Кристаллы-суперпротоники: влияние изменений водородных связей на свойства

Макарова И.П.¹, Селезнева Е.В.¹, Коморников В.А.¹, Гайнутдинов Р.В.¹,
Толстихина А.Л.¹, Васильев А.Л.¹, Малышкина И.А.²

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

²Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

e-mail: makarova@crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.32.91.038

Кристаллы - суперпротоники $M_mH_n(AO_4)_{(m+n)/2} \cdot yH_2O$ ($M = K, Rb, Cs, NH_4, AO_4 = SO_4, SeO_4, HPO_4, HAsO_4$) - представители обширного класса соединений с водородными связями. Эти кристаллы являются перспективными материалами для создания протонообменных мембран топливных элементов и других электрохимических устройств. Практический интерес к ним связан с наличием фаз, в которых при температурах 70 – 250°C регистрируется протонная проводимость порядка $10^{-3} - 10^{-1} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$.

Проводимость этих материалов является их неотъемлемым свойством и обусловлена структурными особенностями - изменением систем водородных связей [1], что обуславливает их уникальность в классе протонных проводников. Несмотря на активные исследования и накопленный экспериментальный материал, до сих пор остаются существенные разногласия в интерпретации связи структуры и свойств кристаллов - суперпротоников, в вопросах о механизмах фазовых переходов, о путях перемещения протонов в суперпротонных фазах. Это связано как с проблемами получения информации о структуре высокотемпературных фаз, необходимостью точной локализации водорода, проведением анализа наряду с позиционными параметрами данных о тепловом движении атомов, так и с плохой воспроизводимостью экспериментальных данных при повышенных температурах. Применение взаимодополняющих методик структурного анализа с использованием рентгеновского и синхротронного излучений, нейтронов, а также микроскопии способствует получению надежных данных о кристаллической структуре и решению задач по установлению закономерных связей между атомным строением, составом и свойствами кристаллов – суперпротоников.

Полученные данные для кристаллов – суперпротоников позволяют сделать вывод о существовании различных структурных механизмов изменений их физических свойств, обуславливающих как появление высокой проводимости, так и возможность стабилизации суперпротонных фаз: формирование динамически разупорядоченной системы водородных связей (рис. 1а,б), диффузия воды, формирование частично разупорядоченной системы водородных связей, формирование каналов для движения катионов M (рис. 1в) [2], образование многофазного состояния (рис 1г) [3, 4], статистическое замещение в катионной подрешетке [3, 5]. Замещение катионов (даже

несколько %) или групп AO_4 приводит к образованию дополнительных водородных связей в структуре суперпротоников $M_mH_n(AO_4)_{(m+n)/2} \cdot nH_2O$ и может существенно изменять кинетику формирования суперпротонных фаз, обуславливая увеличение проводимости на порядок и более [5-7].

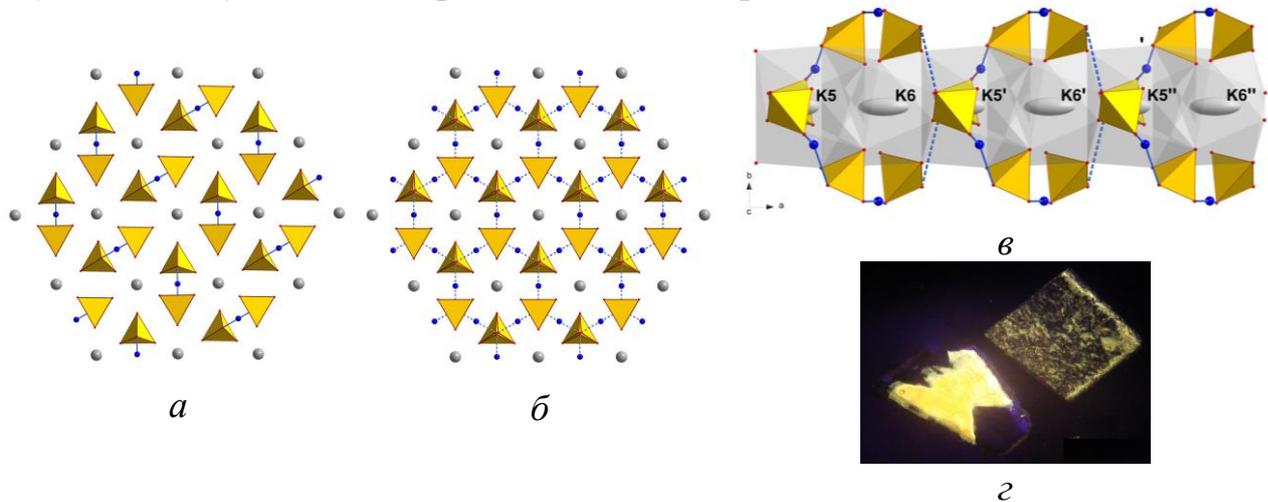


Рис. 1. Изменение в кристаллах $M_3H(AO_4)_2$ водородных связей, соединяющих тетраэдры AO_4 : система связей в низкотемпературной фазе (а) и динамически разупорядоченная система связей в суперпротонной фазе (б). Каналы возможного движения катионов в кристаллах $M_5H_7(SO_4)_8 \cdot H_2O$ (в). Микрофотографии монокристаллов $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$ (слева) и $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ (справа) в поляризованном свете (z).

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. Получение и характеристика образцов проведены при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-32-20050).

Список литературы:

- [1] И.П. Макарова *ФТТ*, №57, 433 (2015)
- [2] I. Makarova, V. Grebenev, E. Dmitricheva et al. *Acta Crystallographica*, **B70**, 218 (2014)
- [3] I. Makarova, E. Selezneva, V. Grebenev et al. *Ferroelectrics*, №500, 54 (2016)
- [4] A.S. Mikheykin, D.Yu. Chernyshov, I.P. Makarova et al. *Solid State Ionics*. №305, 30 (2017)
- [5] E.V. Selezneva, I.P. Makarova, I.A. Malyshkina et al. *Acta Crystallographica*, **B73**, 1105 (2017)
- [6] И.А. Малышкина, Е.В. Селезнева, И.П. Макарова и др. *ВМУ. Серия 3. Физика. Астрономия*, №4, 48 (2019)
- [7] A.L. Tolstikhina, R.V. Gainutdinov, E.V. Selezneva et al. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, **699**, 012055 (2019)

Автоматическое распознавание наночастиц на изображениях сканирующей зондовой микроскопии с использованием компьютерного зрения и глубокого машинного обучения

Окунев А.Г.^{1,2,3}, Машуков М.Ю.³, Нартова А.В.^{2,1}, Матвеев А.В.^{1,2}

¹Новосибирский государственный университет, ул. Пирогова, д. 1, г. Новосибирск, Россия

²Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, пр. Ак. Лаврентьева, д. 5, г. Новосибирск, Россия

³Высший колледж информатики НГУ, г. Новосибирск, Россия

matveev.nsu@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.77.22.004

В различных областях материаловедения важным является определение параметров частиц (количество, размер, площадь). Например, в гетерогенном катализе одной из основных характеристик активности катализатора является «частота оборота» реакции (turnover frequency, TOF), определяемой как количество продукта, полученного на одном активном центре в единицу времени. Для определения количественных характеристик активных центров катализатора используют различные физико-химические методы исследования (электронная микроскопия, анализ удельной поверхности, зондовые методы). При этом оператору необходимо обрабатывать сотни частиц на различных участках образца. Полноценного режима автоматического поиска объектов и определения их размеров в существующих программных продуктах в настоящее время не реализовано.

Нами разработан Web-сервис ParticlesNN [1], который создан на основе нейронной сети CascadeRCNN, обученной на изображениях наночастиц, полученных с помощью метода сканирующей туннельной микроскопии [2]. Обученная нейронная сеть способна распознавать наночастицы как четкие контуры. Web-сервис производит обработку полученных результатов, определяя размеры контуров и их статистические параметры – степень покрытия, концентрацию, средний размер, распределение частиц по размерам.

Web-сервис ParticlesNN отличается от других программных продуктов следующими особенностями:

1) возможна обработка изображений, которые содержат шумы, артефакты, характерные для изображений зондовой микроскопии, без дополнительной обработки;

2) пользователь может проводить корректировку автоматически определенных контуров с помощью внешних программных продуктов;

3) реализована статистическая обработка нескольких изображений;

4) результаты обработки выдаются в виде гистограммы и таблиц, в которых доступна информация по всем идентифицированным объектам;

5) реализовано уточнение контуров частиц с помощью процедуры фиттинга гауссовым 2D-распределением.

Подход к распознаванию частиц с помощью нейронных сетей позволяет со временем, по накоплению размеченных данных, улучшать качество распознавания.

Кроме того, web-сервис способен работать с изображениями любых объектов, представленных в виде пятен интенсивности – микрочастиц (например, СЭМ), биологических клеток и т.п.

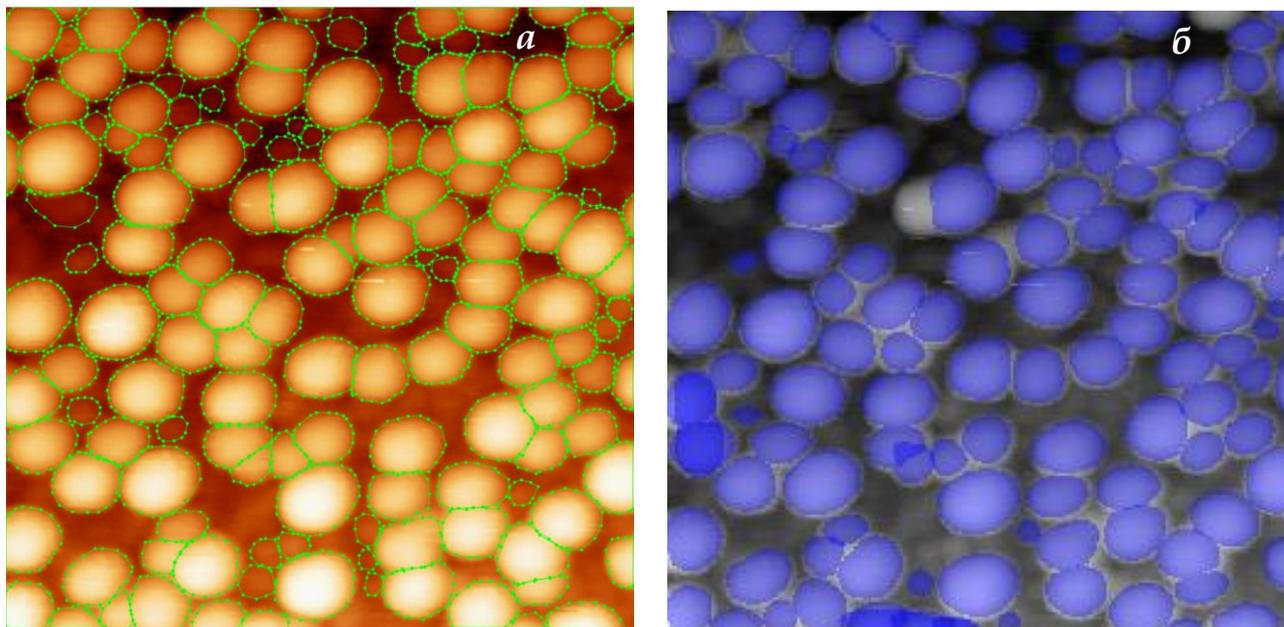


Рис.1. СТМ-изображения наночастиц платины, нанесенных на высокоориентированный пиролитический графит (ВОПГ): а) исходное изображение, оператор определил 146 частиц («ground truth»), средний размер 6,11 нм; б) результат автоматического поиска частиц обученной нейронной сетью, 117 частиц («predicted»), средний размер 6,18 нм.

Работа частично выполнена в рамках государственного задания ФГБУН ФИЦ ИК СО РАН (проект № 0303-2016-0001), а также поддержана из средств Программы повышения международной конкурентоспособности НГУ, 4 этап.

Список литературы:

- [1] <http://hub.ci.nsu.ru:7700/>
- [2] A.G. Okunev, A.V. Nartova, A.V. Matveev, "Recognition of Nanoparticles on Scanning Probe Microscopy Images using Computer Vision and Deep Machine Learning," *2019 IEEE International Multi-Conference on Engineering, Computer and Information Sciences (SIBIRCON)*, Novosibirsk, Russia, 2019, pp. 0940-0943 doi:10.1109/SIBIRCON48586.2019.8958363

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

Исследование оптических свойств и диффузионной длины в Ga_2O_3 методами РЭМ

Якимов Е.Б.

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

DOI: 10.37795/RCEM.2020.65.44.039

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

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

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

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

Новый сценарий кинетики зарядки диэлектриков и сегнетоэлектриков при электронном и ионном облучении

Озерова К.Е., Рау Э.И., Татаринцев А.А.

Физический факультет МГУ им.М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия
e-mail: rau@phys.msu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.73.96.040

На основе критического анализа существующих представлений о явлении зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении предложена практически новая концепция радиационной зарядки, хорошо согласующаяся с экспериментальными результатами. Усовершенствованная модель зарядки приводит к следующим основным выводам [1,2]:

1. Для кинетики электронной зарядки большое значение имеют первичные термализованные электроны, то есть доля первичных электронов, которые потеряли свою энергию вплоть до тепловых скоростей, но не были захвачены ловушками.
2. Определяющим фактором времени установления равновесной зарядки является значение предельной концентрации ловушек в диэлектрике, являющееся суммой исходно присутствующих ловушек и вновь генерированных в процессе радиационного допорогового дефектообразования. Критическая доза облучения отвечает за возникновение внутреннего критического поля, по порядку величины равного для всех классов диэлектриков и для всех энергий первичных облучающих электронов.

В качестве примера на рис.1 приведены результаты одновременных измерений тока эмиссии электронов I_σ и поверхностных потенциалов зарядки – V_s в зависимости от времени облучения Al_2O_3 -керамики электронами. Вверху приведена также зависимость фактической энергии облучающих электронов $E_L(t) = E_0 - qV_s(t)$. Примечателен тот факт (общий для всех диэлектриков), что время установления равновесного состояния тока эмиссии электронов $I_\sigma \approx I_0$ намного меньше времени наступления равновесного значения потенциала $-V_s$.

На рис.2 а, б приводятся экспериментальные характеристики процесса зарядки диэлектриков при ионном облучении на примере полимерного диэлектрика (тефлона) и сегнетоэлектрика $LiNbO_3$.

Экспериментальные данные показывают, что коэффициент ионной эмиссии от заряженных диэлектриков может сильно (на порядки величины) возрасти по сравнению с проводящими образцами и незаряженными диэлектриками.

При этом за счет ёмкостной связи образец-коллектор наблюдается смена знака регистрируемого на полусферическом коллекторе суммарного тока эмитированных электронов и тока смещения. Видно сильное влияние токов переполяризации доменов на зарядовые характеристики сегнетоэлектриков.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-02-00813

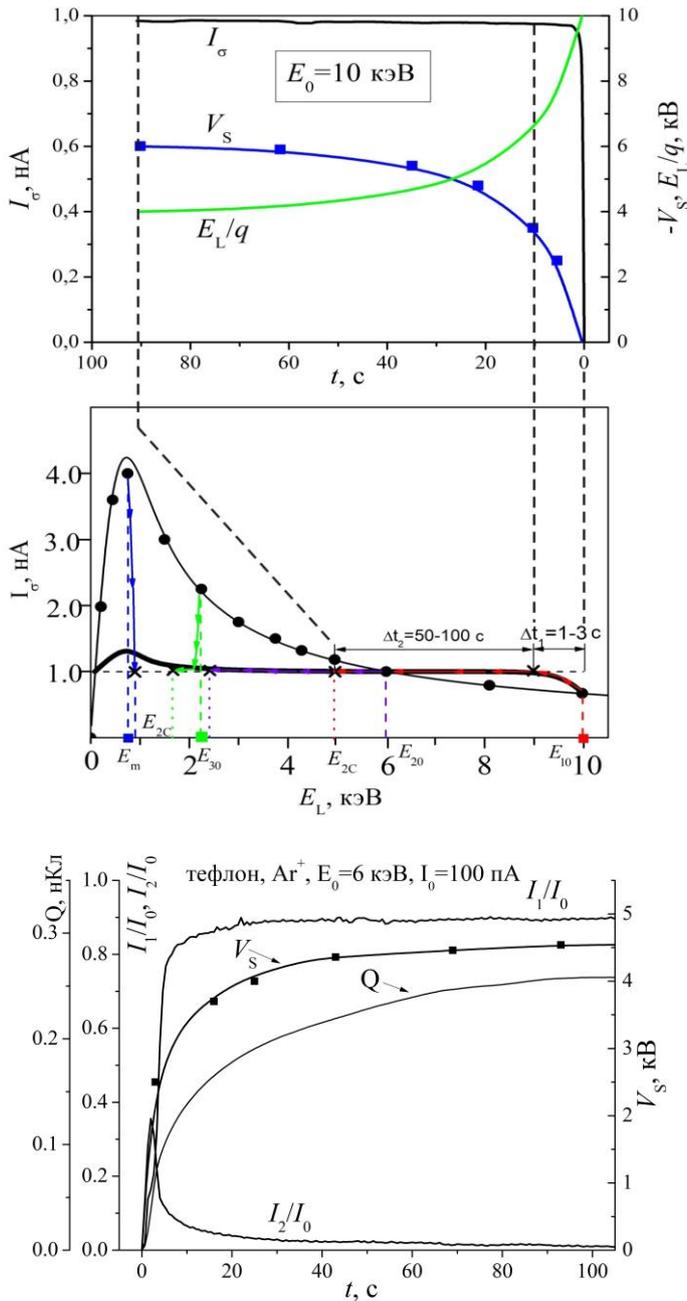


Рис.1. Кинетические характеристики зарядки Al_2O_3 при облучении электронами с энергией $E_0=10$ кэВ и плотностью тока $j_0=10^{-5}$ А/см².

Рис.2. Зависимости коэффициента ионной эмиссии $\sigma=I_1/I_0$, аккумулируемого заряда Q , тока смещения I_2 и положительного потенциала поверхности V_s от времени облучения тефлона (а) и $LiNbO_3$ (б) ионами Ar^+ .

Список литературы:

- [1] A. A. Tatarintsev, K. E. Markovets and E. I. Rau, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **52**, 115104 (2019).
- [2] K. F. Minnebaev, E. I. Rau, A. A. Tatarintsev, *Journal of the Solid State*, **61**, 1013-1016 (2019)

Исследование методом катодолюминесценции V-дефектов в GaN

Вергелес П.С.¹, Якимов Е.Б.¹, Поляков А.Я.²

¹ИПТМ РАН, Черноголовка

²НИТУ МИСИС, Москва

e-mail: vergelesp@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.11.46.041

GaN и твердые растворы являются перспективными материалами для мощных оптических и транзисторных приборов. Однако, несмотря на то, что происходит быстрый прогресс в развитии технологии роста GaN и становятся доступными подложки большого размера с низкой плотностью дислокаций, до сих пор многие оптические и электрические свойства протяженных дефектов в этом материале полностью не изучены. Один вид таких дефектов является так называемые V-дефекты. В данной работе представлены результаты исследования оптических свойств V-дефектов в пленках GaN с разным типом проводимости.

В исследовании использовались два типа пленок GaN. Первый тип образцов представлял собой свободный кристалл GaN n-типа толщиной 450 нм, выращенный методом гидридной эпитаксии (HVPE). Второй представлял из себя пленку GaN p-типа толщиной 1.5 мкм, выращенную методом MOCVD. Оба типа образцов были выращены на сапфире с ориентацией (0001). Исследования проводились методом катодолюминесценции (КЛ) в растровом электронном микроскопе JSM 6490, оборудованного системой MonoCL3 с фотоумножителем Hamamatsu в качестве детектора.

На свободном кристалле HVPE GaN n-типа размер V-дефектов был порядка 20-30 мкм, что позволило получить спектры КЛ не только в его центре, но также и на его гранях. На Рис.1а приведены соответствующие отнормированные спектры КЛ. Видно, что хотя форма спектра не зависит от места детектирования, положение максимума интенсивности излучения на гранях и в центре V-дефекта смещается в область меньших энергий, причем на гранях этот сдвиг более существенен, чем в его центре. Полученные спектры качественно совпадают с результатами, приведенными в работе [1], где такое смещение объясняется встраиванием кислорода во время роста граней V-дефекта.

Совершенно иная картина наблюдается для GaN p-типа. Стоит отметить, что на этом образце размер V-дефектов был существенно меньше, чем на n-типе. Скорее всего это связано с тем, что пленка была гораздо тоньше свободного кристалла. Из-за этого не удалось получить отдельные спектры для граней V-дефекта и его центра. На Рис.1б приведены характерные отнормированные спектры КЛ, полученные на GaN p-типа вдали от V-дефекта и на нем самом.

Сравнивая спектры КЛ, полученные вдали от V-дефектов на Рис.1а и 1б, видно, что в спектре КЛ вдали от V-дефекта отсутствует четко выраженная линия свечения, связанная с переходом зона-зона. Это качественно совпадает с результатами, приведенными в работе [2] при высоких уровнях легирования магнием. Спектр КЛ в области V-дефекта на Рис.1б существенно отличается от спектра КЛ в бездефектной области. Появление плеча с энергией около 3.4 эВ, видимо, связано с тем, что падающий пучок при использовавшейся в данном эксперименте энергии достигал нижнего буферного слоя n-GaN. При этом, подавление линий свечения с энергиями около 3 и 2.8 эВ, согласно работе [3], может происходить из-за встраивания кислорода или кремния.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что V-дефекты являются областями предпочтительного встраивания кислорода в GaN.

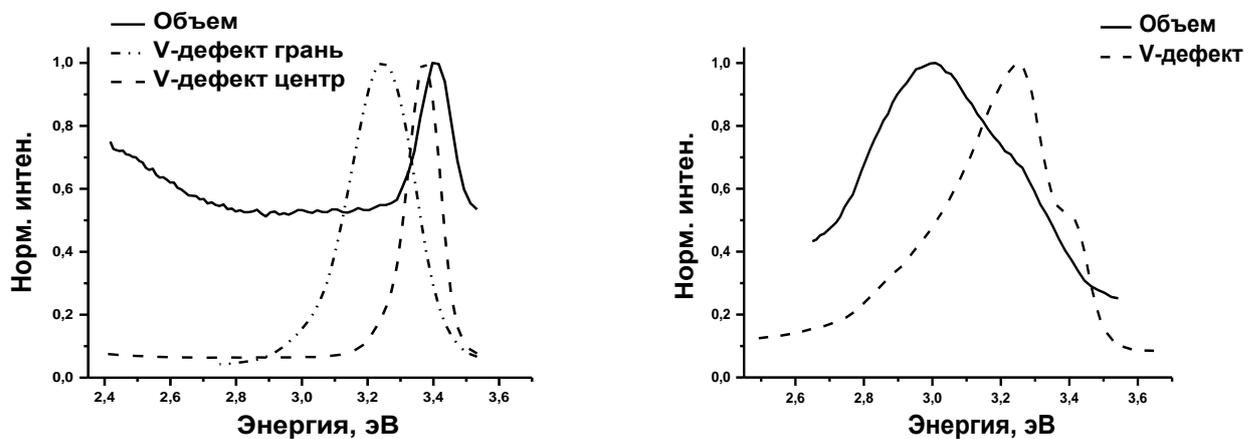


Рис.1. а – отнормированные спектры КЛ для GaN n-типа, полученные вдали от V-дефекта, на его грани и в его центре; б – отнормированные спектры КЛ для GaN p-типа, полученные вдали от V-дефекта и в его центре.

Список литературы:

- [1] W. Yi, J. Chen, S. Higuchi, and T. Sekiguchi, Appl. Phys. Exp., 12, 5, 051005 (2019).
- [2] S. F. Chichibu, K. Shima, K. Kojima, S. Takashima, K. Ueno, M. Edo, H. Iguchi, T. Narita, K. Kataoka, S. Ishibashi, A. Uedono, Jap. J. Appl. Phys., 58, SC, Sc0802 (2019).
- [3] M. A. Reshchikov, H. Morkoc, J. Appl. Phys., 97, 6, 061301 (2005)

Исследование вещественного состава и морфологии тонкодисперсных металлургических пылей методами сканирующей электронно-ионной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа

Савинова Ю.А.¹, Румянцев Д.В.¹, Мишина О.Ю.², Банникова С.А.³, Сомов П.А.⁴

¹ООО «Институт Гипроникель», Россия; ²Engineering Dobersek GmbH, Германия;
³ТОО «Казцинк», Казахстан; ⁴ООО «Тескан»
e-mail: jsavinova@gmail.com

DOI: 10.37795/RSEM.2020.35.31.042

В рамках работ по оптимизации технологии переработки свинцовой пыли металлургического комплекса проведена серия экспериментов по обжигу материала в вариантных условиях. Целью обжига являлась глубокая деарсенизация материала. Вне зависимости от температуры, продолжительности и атмосферы обжига степень деарсенизации материала не превышала 30%отн. Для определения причин низких показателей удаления мышьяка проведены исследования вещественного состава и морфологии исходной пыли, огарков и возгонов от ее обжига методами РЭМ-РСМА, РФА и методами химического анализа. Определены основные структурные составляющие материалов, их состав и крупность.

На первом этапе исследования образцов проводились на аналитическом комплексе на базе электронного микроскопа с термоэмиссионным вольфрамовым катодом (Tescan VEGA5130MM) на шлифах, изготовленных «традиционной» механической полировкой. Установлено, что «львиная доля» мышьяка, свинца и серы как в исходной пыли, так и в продуктах ее последующей переработки сосредоточена в многофазных гранулах микронной и субмикронной крупности. Несмотря на значительный объем полученной информации о вещественном составе материалов, установлено, что механическая полировка разрушает исходную структуру микрогранул и не позволяет определить их морфологические особенности. Кроме того, оптическое разрешение электронного микроскопа с термоэмиссией существенно ограничивала возможности исследования фазового состава гранул.

Для решения указанных задач было принято решение отказаться от механической полировки шлифов и проводить анализ состава и строения микрогранул с использованием двулучевого электронно-ионного микроскопа с автоэмиссионным катодом Шоттки (Tescan LYRA3GMH). Ионным травлением отдельных микрогранул были получены локальные микрошлифы указанных частиц. Для сохранения структуры гранул (в первую очередь, - периферийных кайм) на поверхность гранул предварительно осаждался защитный слой платины. Анализ полученных микрошлифов позволил установить, что гранулы

представляют собой многофазные структуры с зональным строением. В подавляющем большинстве случаев триоксиды мышьяка сосредоточены в центральных (внутренних) областях гранул и покрыты по поверхности прочным слоем сульфата свинца, устойчивого в применявшихся условиях обжига. Именно наличием свинцовой «корки» обуславливались низкие показатели деарсенизации.

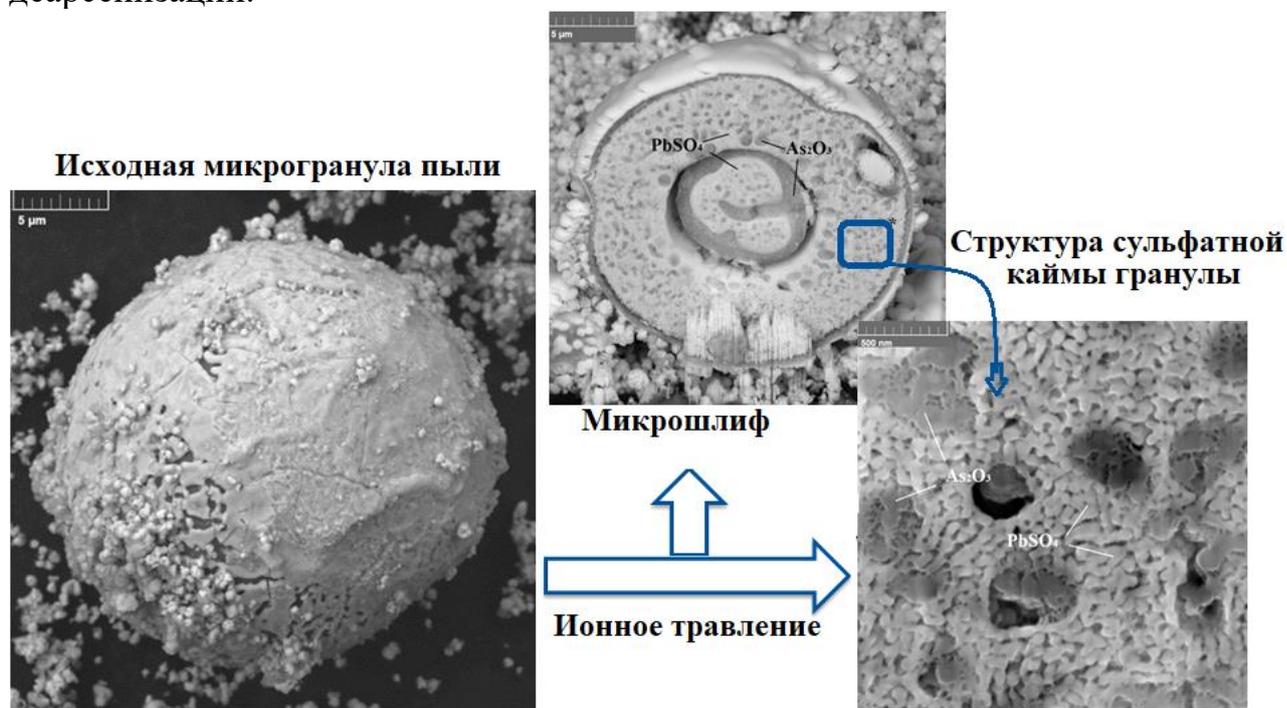


Рис.1. “Вещественный состав и морфологии типичной микрогранулы материала”

На основе полученной информации о структуре гранул пыли подобраны параметры обжига, позволившие разрушить защитный сульфатный слой гранул и достигнуть показателей удаления мышьяка более 90%отн.

**Применения электронной микроскопии и
комплементарных методов**

Разномасштабная структурная диагностика многослойных гетероструктур

Пруцков Г.В.¹, Чесноков Ю.М.¹, Пашаев Э.М.¹, Субботин И.А.¹, Васильев А.Л.^{1,2}

¹НИИЦ «Курчатовский институт»

²ФНИИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

e-mail: prutskov@zoho.com

DOI: 10.37795/RSEM.2020.34.86.043

Физические свойства наноразмерных гетерокомпозиций напрямую зависят от особенностей структуры их слоев и состояния гетерограниц. Получение максимально достоверных данных об особенностях их структуры позволяет установить связь с электрофизическими параметрами, а также оптимизировать технологию их роста.

Металлическая наноспинтроника, основанная на металлических магнитных наноструктурах – быстро развивающаяся область современной микроэлектроники. Исследуемыми объектами являлись периодические многослойные гибридные магнитные системы переходный металл/редкоземельный металл Co/Dy, являющиеся перспективными материалами спинтроники [1, 2].

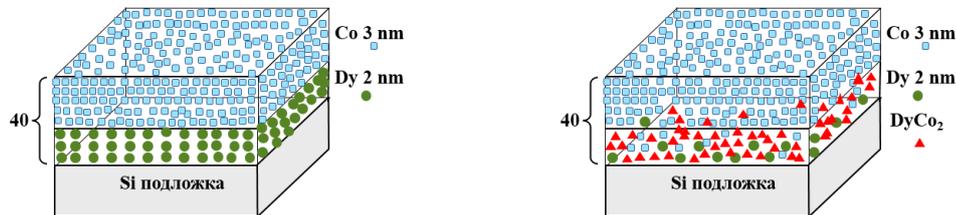


Рис 1. Структура исследуемых периодических систем на основе пар слоев Dy-Co. Для образца с толщинами слоя Dy 2 нм и Co 3 нм показано место образования новой кристаллической фазы DyCo₂.

Согласно литературным данным [3] в периодических многослойных системах Dy-Co, полученных методом магнетронного напыления наблюдаются магнитные свойства только для ультратонких (~1 нм) слоев диспрозия и кобальта. Однако, в процессе исследования магнитных свойств ряда образцов было обнаружено, что при увеличении толщины слоев сверхрешётки (более 1 нм) наблюдается anomalous поведение перпендикулярной магнитной анизотропии, что сильно сказывается на магнитных и, соответственно, на приборных свойствах этих систем. Было высказано предположение, что это связано со структурой сверхрешёток.

На левом рисунке показана технологически заданная структура 40-парной сверхрешётки Dy/Co. При столь малых размерах слоёв резко возрастёт роль диффузии на границах слоёв, что должно привести к перемешиванию слоев кобальта и диспрозия.

Были проведены структурные измерения методами рентгеновской рефлектометрии и электронной микроскопии. Анализ данных рентгеновской рефлектометрии позволил сделать предположение об образовании новой фазы в процессе магнетронного напыления слоёв. Совместный анализ данных разномасштабной структурной диагностики показал, что в процессе роста слоёв образуется сплав DyCo₂ и система представляет собой не чередование слоёв Dy и Co, а чередование слоёв DyCo₂ и Co (рис 1), что и приводит к наблюдаемому эффекту аномальной магнитной анизотропии. В дальнейшем результаты структурных исследований были подтверждены результатами и магнитных измерений, подтвердивших образование фазы DyCo₂.

Список литературы:

- [1] G. Binasch, P. Grunberg, F. Saurenbach, *Phys. Rev. B.*, **39**, 4828 (1989).
- [2] Z.S. Shan, D.J. Sellmyer, S.S. Jaswal, Y.J. Wang, J.X. Shen, *Phys. Rev. Lett.*, **63**, 449–452 (1989).
- [3] Z.S. Shan, D.J. Sellmyer, *J. Appl. Phys.*, **64**, 5745 (1998).

Численные эксперименты с использованием алгоритмов нейронных сетей по определению относительных конфигураций альфа-спиралей в белковых структурах по данным дифракции рентгеновского лазерного излучения на единичных частицах

**Шайтан К.В., Ложников М.А., Новоселецкий В.Н., Армеев Г.А., Кудрявцев А.В.,
Кобельков Г.М., Шайтан А.К., Кирпичников М.П.**

*Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова
e-mail: shaytan49@ya.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.42.72.044

Использование рентгеновских лазеров открывает новую эру в структурной биологии и очень гармонично вписывается в перспективное развитие постгеномных технологий. Большой интерес вызывает принципиальная возможность изучения пространственной структуры и динамики единичных биомакромолекул и их комплексов. В настоящее время на этом пути есть ряд задач, которые требуют решения и обусловлены как определенными техническими условиями проведения экспериментов, так и необходимостью разработки новых подходов к анализу дифракции от единичных частиц при отсутствии брэгговских максимумов.

В работе развивается подход к анализу дифракции от единичных молекул белков, содержащих альфа-спирали. Альфа-спирали формируют в молекулах белков частично упорядоченные структуры, дифракция от которых имеет характерные особенности, что дает возможность распознавания относительных положений этих структурных элементов при достаточно хорошей тренировке нейронной сети.

Изучалась возможность использования сверточных нейронных сетей для распознавания достаточно тонких структурных особенностей в альфа-спиральных белках. Изучались двуспиральные белки и 7-спиральные белки на примере бактериородопсина в двух различных функциональных состояниях, в которых имеется сдвиг отдельных альфа-спиралей на величину порядка 1Å.

Один из вариантов нейросетей, рассматриваемых в настоящей работе, построен на основе residual блоков [1]. Данные проходят последовательно через четыре residual блока, в которых количество фильтров в сверточных слоях равно 8, 8, 16 и 16 соответственно. Затем получившееся изображение уменьшается в 2 раза по каждой координате при помощи Average Pool слоя с размером окна 2x2 и шагом 2x2. Классификатор отличается от классификатора нейронной сети типа VGG только тем, что в классификаторе residual нейронной сети отсутствует слой Dropout.

Возможность классификации двуспиральных белков была проверена на наборе из 88 пар спиралей, что в терминах решения задачи классификации соответствует 88 классам. Для каждой пары спиралей был получен набор из

10000 картин рассеяния, соответствующих различной случайной ориентации структуры относительно детектора. Таким образом, всего было получено 880 тысяч картин, из которых 589600 были использованы в качестве обучающей выборки, а 290400 в качестве тестовой. Точность классификации структуры достигала порядка 98% при числе эпох порядка 15.

Примером архитектуры другого типа являются нейронная сеть типа VGG [2], основной особенностью которой является использование большого числа фильтров низкой размерности (3x3 или 1x1).

Для распознавания изменений альфа-спиральной структуры бактериородопсина в фотоцикле, описанной в работе [3], была использована нейронная сеть, состоящая из трёх последовательных VGG-блоков с числом фильтров в свёрточных слоях равным 32, 64 и 128 соответственно. Для полноатомной структуры каждого из 14 состояний было сгенерировано по 200 картин рассеяния. Размер обучающей выборки составлял 1800 картин рассеяния, а размер тестовой выборки 1000 картин рассеяния. Точность классификации структуры достигала 80% при числе эпох порядка 200 (рис.1).

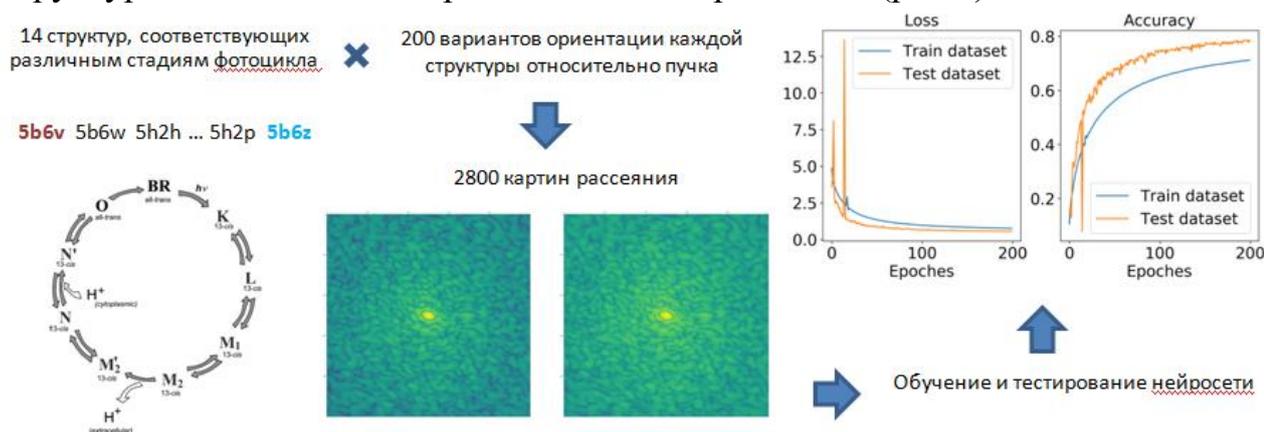


Рис.1. Распознавание дифракционных паттернов от единичных молекул бактериородопсина в темновой и световой конформациях.

Данная работа поддержана РФФИ, грант №18-02-40010мега.

Список литературы:

- [1] He K., Zhang X., Ren S., Sun J. Proceedings of the IEEE conference on computer vision and pattern recognition. P. 770–778 (2016).
- [2] Simonyan K., Zisserman A. Very Deep Convolutional Networks for Large-Scale Image Recognition // arXiv [cs.CV]. 2014.
- [3] Nango E., Royant A., Kubo M., et al., A three-dimensional movie of structural changes in bacteriorhodopsin // Science 354:6319, (2016), 1552-1557.

10 сентября

**Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной
сканирующей микроскопии в биологии и медицине**

Крио-ЭМ структура 70S рибосомы из *E. coli* в комплексе с дири트로мицином

Пичкур Е.Б.^{1,2,5}, **Полесскова Е.В.**^{1,3}, **Касацкий П.С.**¹, **Остерман И.А.**^{4,6}
Поликанов Ю.С.⁷, **Мясников А.Г.**^{1,8}, **Конева А.Л.**^{1,2,3}

¹ НИЦ "Курчатовский институт" – ПИЯФ, Гатчина, Россия

² НИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия

³ СПбПУ, Санкт-Петербург, Россия

⁴ МГУ им. М.В. Ломоносова, НИИ ФХБ им. А.Н. Белозерского, Москва, Россия

⁵ ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия

⁶ Skolkovo Institute of Science and Technology, Skolkovo, Moscow region 143025, Russia

⁷ Department of Biological Sciences, University of Illinois at Chicago, Chicago, Illinois 60607, USA

⁸ Department of Biochemistry and Biophysics, University of California, San Francisco, CA 94143, USA.

DOI: 10.37795/RCEM.2020.32.60.046

Макролиды являются одним из наиболее успешных и широко используемых классов антибиотиков, которые останавливают рост патогенных бактерий, связываясь возле активного сайта рибосомы и препятствуя синтезу белка. Дири트로мицин (ДИР) относится к классу полусинтетических макролидов, первым представителем которого является эритромицин, отличается от предшественника наличием оксазинового кольца, а также (2-метоксиэтокси)-метильной гидрофобной боковой цепи и демонстрирует более высокую ингибирующую активность. Данная работа направлена на изучение структурных основ взаимодействия дири트로мицина с бактериальным функциональным рибосомным комплексом из *E. coli* при помощи метода криогенной просвечивающей электронной микроскопии (крио-ЭМ) [1].

Анализ полученной структуры показал, что ДИР связывается в канонической для макролидов области, находящейся вблизи пептидил-трансферазного центра рибосомы, с формированием водородной связи между 2'-ОН группой дезоаминового сахара и N1 атомом нуклеотида A2058 23S рРНК. Кроме того, связывание ДИР приводит к повороту нуклеотида A2062 на $\sim 160^\circ$ с образованием хугстиновской пары (tНН) с нуклеотидом m²A2503. Подобный эффект, наблюдавшийся ранее при связывании макролидов с рибосомами из *Th. thermophilus* [2,3], впервые показан для рибосомы из *E. coli*. (2-метоксиэтокси)-метильная боковая цепь оказалась не разрешена на полученной структуре, и, по всей видимости, направлена в просвет рибосомного туннеля, где может влиять на нормальное прохождение растущего полипептида. Дальнейшая 3D классификация по наличию субстрата в А-сайте позволила

визуализировать реорганизацию нуклеотида U2585 при связывании тРНК в А-сайте, а также сдвиги нуклеотидов A2583, U2584, однако значительных конформационных изменений нуклеотидов в пептидил-трансферазном центре рибосомы, вызванных связыванием ДИР, обнаружено не было. Тем не менее, крайне высокое разрешение полученной крио-ЭМ структуры, составившее 2.1 Å по критерию FSC=0.143, обеспечивает структурный базис для дальнейших исследований механизма ингибирования синтеза белка макролидами.

Данная работа была поддержана грантом РФФ 17-14-01416.

1. Pichkur E.B, Paleskava A, Tereshchenkov A.G, Kasatsky P, Komarova E.S, Shiriaev D.I, Bogdanov A.A, Dontsova O.A, Osterman I.A, Sergiev P.V, Polikanov Y.S, Myasnikov A.G, Konevega A.L. 2020. Insights into the improved macrolide inhibitory activity from the high-resolution cryo-EM structure of dirithromycin bound to the E. coli 70S ribosome. *RNA*. 2020 Mar 6. doi: 10.1261/rna.073817.119
2. Khabibullina NF, Tereshchenkov AG, Komarova ES, Syroegin EA, Shiriaev DI, Paleskava A, Kartsev VG, Bogdanov AA, Konevega AL, Dontsova OA et al. 2019. Structure of dirithromycin bound to the bacterial ribosome suggests new ways for rational improvement of macrolides. *Antimicrob Agents Chemother* **63**: e02266-02218.
3. Svetlov MS, Plessa E, Chen CW, Bougas A, Krokidis MG, Dinos GP, Polikanov YS. 2019. High-resolution crystal structures of ribosome-bound chloramphenicol and erythromycin provide the ultimate basis for their competition. *RNA Journal* **25**: 600-606.

Определение структуры комплекса Dps-ДНК методами криоэлектронной томографии

Камышинский Р.А.^{1,2}, Чесноков Ю.М.^{1,2}, Дадинова Л.А.², Можяев А.А.², Петухов М.В.², Орехов А.С.^{1,2}, Штыкова Э.В.², Васильев А.Л.^{1,2}

¹Научно-исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия

²ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва, Россия

e-mail: kamyshinsky.roman@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.55.047

В качестве защитной реакции на воздействия неблагоприятных факторов окружающей среды в бактериальных клетках *Escherichia coli* происходит образование нанокристаллов комплекса Dps-ДНК [1,2]. Данный механизм позволяет обеспечить продолжительную сохранность генома при экстремальных температурах, голодании, воздействии радиации и антибиотиков. Помимо фундаментального научного интереса актуальность изучения комплекса Dps-ДНК определяется широким потенциалом в разработке новых механизмов борьбы с бактериальной резистентностью к лекарственным препаратам.

Несмотря на известность феномена внутриклеточной кристаллизации, механизм образования биокристаллов Dps-ДНК долгое время оставался малоизученным, а большинство предложенных моделей комплекса носили умозрительный характер. Однако, недавние результаты исследований биокристаллов Dps-ДНК *in vitro*, в частности полиморфизм структур в зависимости от параметров буфера и локальной концентрации ионов [3,4], указывают на потенциальную возможность формирования наноразмерных ко-кристаллов с различным типом упаковки на разных стадиях биокристаллизации в зависимости от внешних условий.

В данной работе методами крио-электронной микроскопии и малоуглового рентгеновского рассеяния изучено *in cellulo* формирование биокристаллов Dps-ДНК в различных штаммах *E.coli* в зависимости от типа и продолжительности стрессового воздействия. Приготовление тонких клеточных срезов осуществлялось с применением фокусированного ионного пучка в криогенном режиме (крио-ФИП).

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (проект № 18-74-10071) и НИЦ Курчатовский институт (№ 1360).

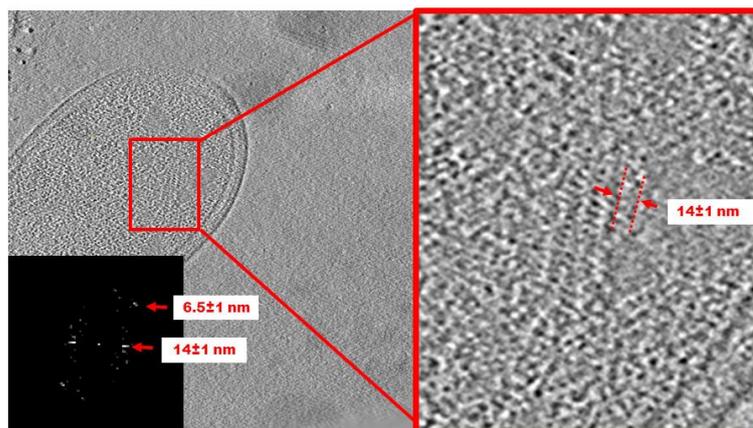


Рис.1. “Крио-электронно томографические срезы *E. coli*, приготовленные с помощью крио-ФИП”

Список литературы:

- [1] S.G. Wolf, D. Frenkiel, T. Arad, S.E. Finkel, R. Kolter, A. Minsky. *Nature*, 400, 83–85, (1999).
- [2] D. Frenkiel-Krispin, I. Ben-Avraham, J. Englander, E. Shimoni, S. G. Wolf, A. Minsky. *Mol. Microbiol.*, 51(2), 395-405, (2004).
- [3] L.A. Dadinova, Y.M. Chesnokov, R.A. Kamyshinsky, I.A. Orlov, M.V. Petoukhov, A.A. Mozhaev, E.Yu. Soshinskaya, V.N. Lazarev, V.A. Manuvera, A.S. Orekhov, A.L. Vasiliev, E.V. Shtykova. *FEBS Lett.*, 593(12), 1360-1371, (2019)
- [4] Kamyshinsky R., Chesnokov Y., Dadinova L., Mozhaev A., Orlov I., Petoukhov M., Orekhov A., Shtykova E., Vasiliev A. *Biomolecules*, 10(1), 39, (2020).

Comparative analysis of polyribosomes by electron microscopy and single molecule localization microscopy

Sorokin I.I.^{1,2,3,*}, Afonina Zh.A.¹, Strelkova O.S.^{4,5}, Zakharova E.V.^{1,3},
Kireev I.I.⁴, Shirokov V.A.¹

¹*Institute of Protein Research of the Russian Academy of Sciences*

²*Moscow Institute of Physics and Technology*

³*Lomonosov Moscow State University, Faculty of Biotechnology*

⁴*A.N. Belozersky Research Institute of Physico-Chemical Biology, Lomonosov Moscow State University*

⁵*Harvard Medical School and Massachusetts Eye and Ear, Department of Otolaryngology*

* e-mail: hydrargyrum@vega.protres.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.56.59.048

Polyribosomes (or polysomes) are formed in the process of protein synthesis. Their existence is essential for eukaryotic cells. Several specific modes of spatial organization of polyribosomes have been found already in early electron microscopy (EM) studies. Latest cryo electron tomography (cryo-ET) analyses corroborate the existence of circular, zigzag and helical conformations of polyribosomes [1]. However, EM data give us information only about structural aspects of polyribosomes being [2]. In its turn, functional information [3,4] basically may be obtained from experiments without structural data. In order to make possible obtaining structural and functional data at once, we have implemented imaging of ribosomes and polyribosomes via EM (negative staining), cryo-ET and single molecule localization microscopy (PALM/STORM). Obtained EM and fluorescence single molecule localization data were compared. Localization microscopy revealed similar polysome architecture to that obtained by EM techniques. Though resolution of fluorescence localizations is much lower, yet it allows confident determination of each ribosome position into polysome.

Polyribosomes formed in cell-free WGE (wheat germ extract) translation system and E.coli free 70S ribosomes were visualized by Stochastic Optical Reconstruction Microscopy (Nikon N-STORM). Ribosomes were labeled by an organic fluorescent dye. Endogenous polyribosomes from HEK293 cells also were visualized. In this case, PAtagRFP (PhotoActivatable Red Fluorescent Protein) was applied as an emitter for PhotoActivated Localization Microscopy (PALM). Successful visualization of polysomes and ribosomes was obtained through fixation on the APTES-coated coverslips (APTES - (3-Aminopropyl)triethoxysilane).

These experiments revealed ribosomes and polyribosomes at the nanometer scale. The achieved spatial resolution has allowed us determination of each ribosome position in single polysome. Moreover, even the ribosomal subunits of a single ribosome were discerned. Ribosomes and polysomes were visualized by an organic cyanine dye and by a photoactivatable fluorescent protein PAtagRFP. PALM/STORM methods were used. Average localization precision in all datasets is

about 4-10 nm. Besides, we can conclude that genetically encoded fluorophores are preferable fluorescent markers versus stochastic labeling via organic dyes.

Our investigation demonstrates the possibility to study translational apparatus (merging structural and functional data) via super-resolution fluorescence microscopy. This work is the first step to approach of translational apparatus studying with the highest spatiotemporal resolution and determination of the functional origination of each ribosome, ribosome`s subunit, or even translation factor. In addition, we used negative staining and cryo-ET of WGE polysomes. This is a basis for further developments in studying of translation dynamics and mechanisms. Usage of modern sCMOS cameras, adaptive optics (AO)[5] and localization data processing algorithms along with advanced super-resolution microscopy techniques [6] like iPALM [7], SPLM [8], DMI [9] or MINFLUX [10] (best resolution to date) could rapidly improve precision of ribosome researches. Combination of such advanced fluorescence and electron microscopy techniques (correlative microscopy) allow detailed visualization of cell ultrastructure and serve as reference data to experiments where temporal resolution is required [11].

This work was supported by RFBR grant 18-04-01303 A.

- [1] Afonina et al., *Nucleic Acids Res.*, 43, 618-28 (2015)
- [2] Afonina Zh., Shirokov V., *Biochemistry (Moscow)*, (2018)
- [3] Chekulaeva M. and Landtaller M., *Cell*, (2016)
- [4] Iwasaki et al., *Trends in Biochem.Sci.*, (2017)
- [5] Na Ji, *Nat. Methods*, (2017)
- [6] Sahl S.J. et al., *Nat.Rev.Mol.Cell Biol.*, (2017)
- [7] Shtengel G.et al., *PNAS*, (2008)
- [8] Dong B. et al, *Nat.Comm.*, (2016)
- [9] Dai M., et al., *Nat.Nanotech.*, (2016)
- [10] Balzarotti F. et al., *Science*, (2017)
- [11] Hoffman D., et al., *Science*, 367, 6475 (2020)

Cryo-EM structure of the 70 initiation complex from *S. aureus*

Golubev A.^{1,2}, Fatkhullin B.^{1,3}, Khusainov I.^{1,4}, Jenner L.², Gabdulkhakov A.³, Validov Sh.¹,
Yusupova G.², Yusupov M.^{1,2}, Usachev K.¹

¹Kazan Federal University, Kazan, Russian Federation

²Institute of Genetics and Molecular and Cellular Biology, INSERM, CNRS, University of Strasbourg, Illkirch,
France

³Institute of Protein Research, Russian Academy of Sciences, Puschino, Moscow Region, Russian Federation

⁴Max Planck Institute of Biophysics, Frankfurt am Main, Germany.

e-mail: k.usachev@kpfu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.51.47.049

Despite significant progress in antibiotic development, pathogenic bacterium *Staphylococcus aureus* is still a significant threat for human health which can cause variety of diseases including nosocomial infections. Protein synthesis apparatus: the ribosome and its initiation, elongation and termination factors are common targets for the action of antimicrobial agents. During recent decades a tremendous advance have been made in understanding the mechanism of protein synthesis in the cell and structural organization of translation machinery. These data provided the basis for 3D modeling of biochemical reactions taking place during protein synthesis, and also allowed to decipher the reason of the inhibitory effect of certain antibiotics on protein synthesis.

Here we report the 3.2 Å resolution Cryo-EM structure of the 70 initiation complex from *S. aureus* with P-site tRNA and messenger RNA [1-2]. The core of the ribosome and functionally important parts such as the PTC and decoding center are resolved at 2.8-3.1 Å. This allows for modeling and interpretation of small features such as interactions in the decoding center and rRNA modifications. Finally, with the structure presented we hope to pave the way for structure based drug design for development of new possible antibiotics against *S. aureus*.

The work was supported by the Russian Science Foundation, Grant 17-74-20009

Список литературы:

- [1] I. Khusainov, Q. Vicens, A. Bochler, F. Grosse, A. Myasnikov, J.-F. Meñetret, J. Chicher, S. Marzi, P. Romby, G. Yusupova, M. Yusupov, and Y. Hashem, *Nucleic Acids Research*, **44**, 10491-10504 (2016).

Атомно-силовая микроскопия одиночных молекул биополимеров сверхвысокого разрешения

Клинов Д.В., Дубровин Е.В., Баринов Н.А.

ФГБУ ФНКЦ физико-химической медицины ФМБА
e-mail: klinov.dmitry@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.39.87.045

В данной работе затронуты важные аспекты АСМ одиночных биомолекул. Для получения сверхвысокого разрешения при АСМ-исследовании биополимеров, применялись ранее разработанные нами, сверхострые АСМ-зонды, с радиусом кривизны острия около 1 нм, на сегодня являющиеся самыми острыми на рынке АСМ-зондов. Другим, важным параметром для исследования структуры биополимеров при помощи АСМ, является подложка. Рассмотрено влияние различных подложек на структуру биополимеров и возможность получения сверхвысокого разрешения. Приведены конкретные примеры исследования структуры молекул ДНК, фибриногена, альбумина.

Визуализацию методом АСМ бионаноструктур, таких, как ДНК, белки осуществляют на поверхностях слюды, графита. Преимущество высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) – поверхность химически инертна, менее шероховата (0,5-1 Å), чем поверхность слюды (2-4 Å). Подложку ВОПГ необходимо модифицировать, т.к. молекулы ДНК не адсорбируются на гидрофобной поверхности.

Способ модифицирования гидрофобной поверхности включает нанесение на поверхность модифицирующего монослоя молекул сложного состава. В качестве функциональной группы молекула содержит положительно заряженную группу NH_2 , в качестве участка, образующего водородные связи, молекула содержит фрагменты $-\text{NH}(\text{CH}_2)_4\text{CO}-$, а в качестве гидрофобного участка молекула содержит фрагмент $-(\text{CH}_2)_{10}-$. Гидрофобная часть молекулы обеспечивает взаимодействие с гидрофобной поверхностью ВОПГ, а часть молекулы, способная образовывать межмолекулярные водородные связи, обеспечивает взаимодействие между соседними молекулами.

При нанесении модификатора на гидрофобную поверхность ВОПГ образуются разнообразные структуры в зависимости от концентрации в водном растворе, времени экспозиции, температуры поверхности ВОПГ.

В докладе представлены результаты самоорганизации молекул модификатора, предложены модели укладки на поверхности ВОПГ. Для сорбции молекул ДНК, белков, подобрана оптимальная концентрация (0,01 мг/мл), температура ВОПГ (комнатная) и время экспозиции (5 мин) модификатора для образования почти бездефектного монослоя, шероховатостью 1-2 Å, где ориентация молекул в слое определена так, что группа NH_2 экспонирована в противоположном от поверхности направлении и доступна для сорбции исследуемых бионаноструктур. Были получены изображения молекул

фибриногена, комплексов стрептовицина с биотинилированными олигонуклеотидами, дцДНК с высоким пространственным разрешением

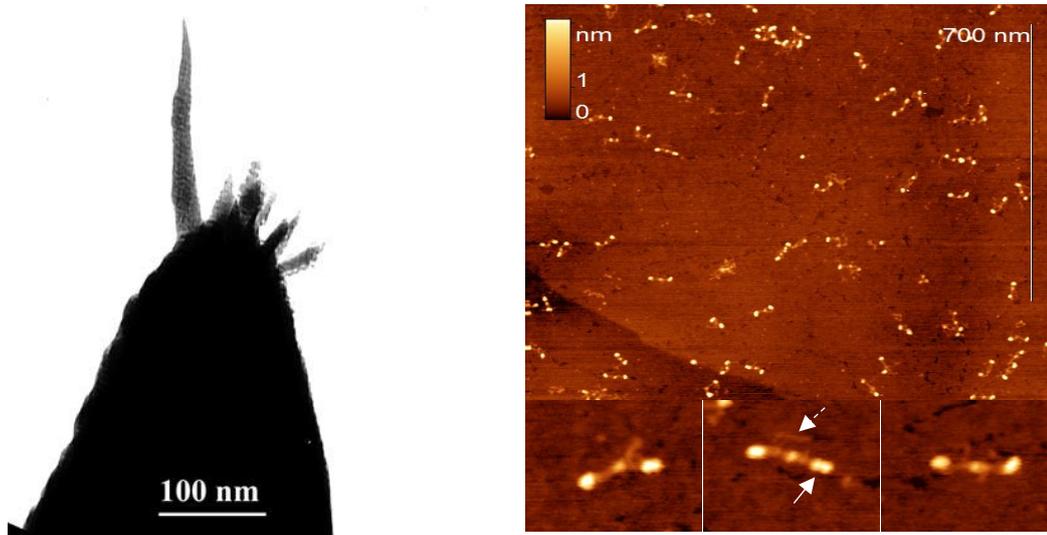


Рис.1. ТЭМ изображения сверхострого АСМ- зонда и АСМ-изображение молекул фибриногена.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (грант № 17-75-30064)

Список литературы:

- [1] E.A. Obraztsova, D. V. Basmanov, N.A. Barinov, Dmitry V. Klinov., Carbon Nanospikes: Synthesis, Characterization and Application for High Resolution AFM, *Ultramicroscopy*. V. 197, P. 11 – 15. 2019
- [2] N.A. Barinov, I. I. Vlasova, A.V. Sokolov, V.A. Kostevich, E.V. Dubrovin, D.V. Klinov., High-resolution atomic force microscopy visualization of metalloproteins and their complexes. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - General Subjects*, Volume 1862, Issue 12, 2018

Поверхностные ультраструктуры бактерий-хищников: особенности надмолекулярной организации и механизмы действия

Сузина Н.Е., Мачулин А.В., Поливцева В.Н., Шорохова А.П., Соболева О.И., Абашина
Т.Н., Дуда В.И.

Федеральный исследовательский центр «Пуцинский научный центр биологических исследований
Российской академии наук» (ФИЦ ПНЦБИ РАН). Институт биохимии и физиологии микроорганизмов
им. Г.К. Скрабина Российской академии наук.

Пуццино, Российская Федерация
e-mail: suzina_nataliya@rambler.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.91.84.051

Межмикробные антагонистические взаимодействия играют важную роль в функционировании микробных сообществ и эволюции прокариот. Обнаружение и описание новых ультраструктурных механизмов взаимодействия клеток-хищников с клетками-жертвами является одной из самых мало изученных проблем в фундаментальной микробиологии. Изучение паразитизма такого типа предполагает применение комплекса методов высокоразрешающей электронной микроскопии, в сочетании с прямыми наблюдениями методами световой микроскопии на всех этапах процесса взаимодействия в модельных системах пары хищник – жертва.

В настоящей работе осуществлена подробная характеристика ультраструктурной и молекулярной организации, а также биохимического состава клеточных структур, участвующих в межмикробных паразитических взаимодействиях, в особенности, ранее открытых нами полисахаридных «канатах», способствующих захвату и стягиванию клеток паразитов и их жертв [1]. Методом электронно-микроскопической цитохимии показано наличие в липких гранулах, входящих в состав «ловчей сети» полисахаридов с высоким отрицательным зарядом.

На примере нового изолята, бактерии рода *Lysobacter* шт. Lb1, выделенной с поверхности кожного покрова шпорцевой лягушки *Xenopus laevis*, обнаружен ряд новых, ранее неизвестных ультраструктурных аспектов механизма межмикробного взаимодействия по типу «Wolf park» или «Волчья стая». Обнаружено, что новый изолят, обладающий высокой антимикробной активностью по отношению к широкому спектру бактерий, секретирует в среду везикулы наружной мембраны (ВНМ), которые концентрируются вблизи поверхности хозяйской клетки и удерживаются там фибриллами полисахаридной природы, формируя, таким образом, специфически организованные экстраклеточные структуры, несущие антимикробные агенты. Прямые наблюдения в модельных экспериментах показали, что неподвижные

клетки штамма LВ1, сближаются с клеткой жертвы, вероятно реализуя уже описанный нами ранее механизм «ловчей сети». За счет высокой концентрации «рационально упакованных» литических агентов происходит быстрое поражение клетки-жертвы (Рис. 1а, б).

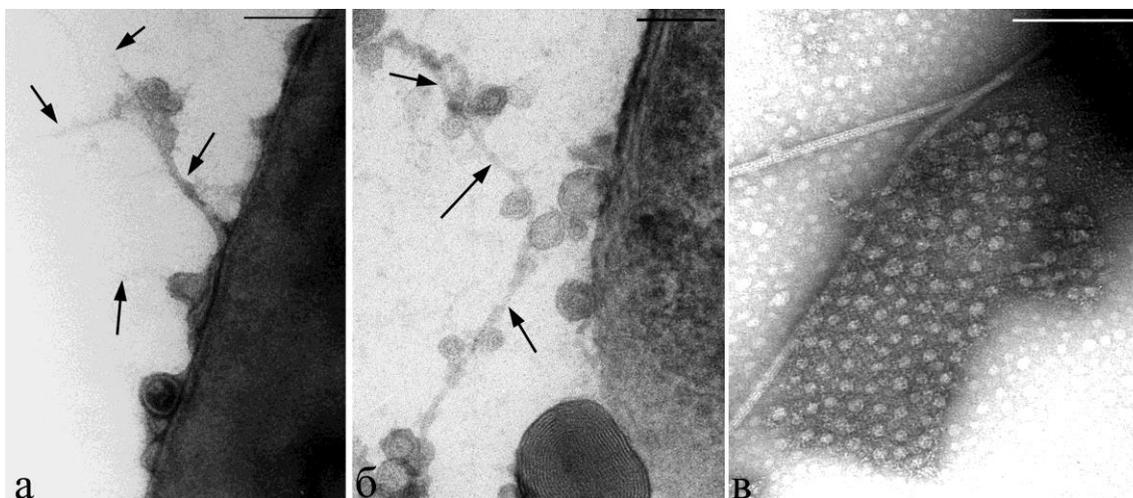


Рис.1. Везикулы наружных мембран бактерий-хищников в контакте с полисахаридными нитями (а, б) и с S-слоем (в). Стрелкой указаны полисахаридные нити. Просвечивающая электронная микроскопия.

а, в – негативный контраст; б – ультратонкий срез.

Длина масштабной метки – 100 нм.

Клетки бактерии-хищника рода *Stenotrophomonas*, шт. FM3, также выделенной с поверхности кожного покрова шпорцевой лягушки *Xenopus laevis*, характеризуется наличием S-слоя с тетрагональной симметрией и способностью секретировать ВМ во внешнюю среду. Методами просвечивающей электронной микроскопии нами было показано, что ВМ высвобождаются в окружающую среду в контакте с фрагментами S-слоя (Рис. 1 в). Таким образом, проведенные исследования позволили выстроить «логистику» доставки антимикробного агента бактерией-хищником к поверхности клетки-жертвы.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-04-00132 А

Список литературы:

[1] Duda V.I., Suzina N.E., Esikova T.Z., Akimov V.N., Oleinikov R.R., Polivtseva V.N., Abashina T.N., Shorokhova A.P. and Boronin A.M., *FEMS Microbiology Ecology*, **69**, pp. 180-193 (2009).

Исследование особенностей взаимодействия частиц монтмориллонита с ДНК методом атомно-силовой микроскопии

Краевский С.В.^{1,2}, Баринов Н.А.¹, Морозова О.В.¹, Палюлин В.В.³, Кремлева О.В.⁴, Клинов Д.В.¹

¹ФНКЦ физико-химической медицины ФМБА России, Москва

²НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ, Москва

³Центр Сколтеха по научным и инженерным вычислительным технологиям для задач с большими массивами данных, Сколково

⁴Department Chemie, Technische Universität München, Garching, Germany

e-mail: skraevsky@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.22.018

Изучение комплексов на основе ДНК и глин представляет интерес как для создания систем по транспортировке генов [1], так и для понимания пребиотического синтеза [2]. Кроме того, такое исследование может дать информацию о местонахождении наиболее реакционноспособных участков на поверхности частиц глины. В настоящей работе исследовались комплексы ДНК-монтмориллонит методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) при различных параметрах рН и различных концентрациях двухвалентных катионов. В отличие от интегральных методов исследования сорбции ДНК на глинах, метод АСМ позволяет проводить исследование на молекулярном уровне.

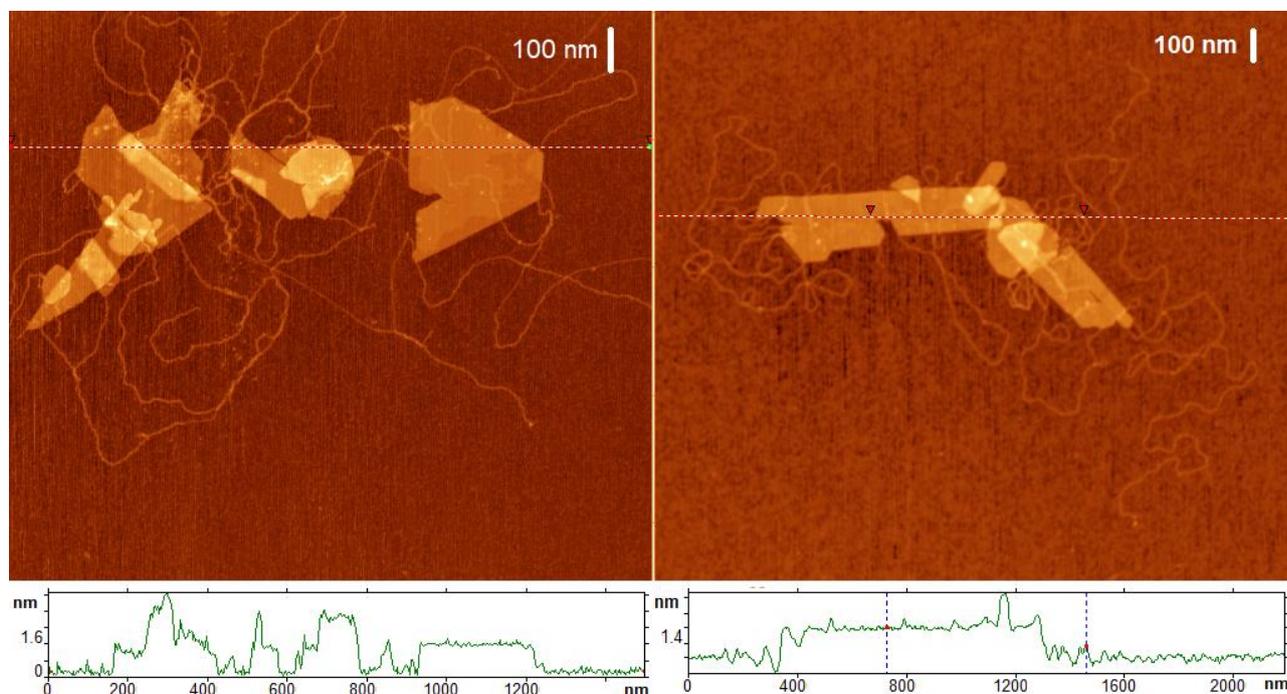


Рис. 1. АСМ изображение комплексов ДНК-монтмориллонит и профили высоты построенные вдоль пунктирных линий.

Согласно полученным результатам, решающую роль в формировании комплексов играют краевые поверхности частиц. При этом наиболее реакционноспособные участки находятся на углах частиц.

Ранее с помощью АСМ [3] было установлено, что наиболее часто встречающиеся боковые поверхности частиц монтмориллонита перпендикулярны кристаллографическим направления [110] и [010]. В настоящей работе квантово-химические расчеты методом функционала плотности для реакции диссоциации воды с наиболее часто встречающимися боковыми поверхностями частиц монтмориллонита подтверждают вывод о наибольшей реакционной способности угловых сайтов.

Работа выполнена при поддержке Российским Научным Фондом, проект № 17-75-30064.

Список литературы:

- [1] Yu, W.H., Li, N., Tong, D.S., Zhou, C.H., Lin, C.X. (Cynthia), and Xu, C.Y.. *Applied Clay Science* **80–81**, 443–452. (2013).
- [2] Pedreira-Segade, U., Hao, J., Razafitianamaharavo, A., Pelletier, M., Marry, V., Le Crom, S., Michot, L.J., and Daniel, I. *Life* **8**, 59. (2018).
- [3] Kraevsky, S.V., Tournassat, C., Vayer, M., Warmont, F., Grangeon, S., Ngouana Wakou, B.F., and Kalinichev, A.G. *Applied Clay Science* **186**, 105442. (2020).

Исследования морфологии популяций микроорганизмов методом сканирующей электронной микроскопии

Арсенюк А.Ю.

*Федеральное государственного бюджетное учреждение «Всероссийский государственный центр
качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов»
e-mail: aarsenuk@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.27.054

Качественная визуализация микробиологических объектов с высоким пространственным разрешением способствует глубокому изучению процессов, протекающих в бактериальных популяциях в процессе естественного роста и под воздействием биотических и абиотических факторов окружающей среды. Моделирование биопленок *in vitro* проводят выращиванием исследуемых культур микроорганизмов на поверхности естественных или искусственных носителей.

По окончании времени культивирования, микроорганизмы прижизненно фиксировали парами 25%-ного глутарового альдегида, что способствует образованию ковалентных химических связей между аминокруппами и обеспечивает целостность мембранных структур. Кусочки фильтров с выросшими микроорганизмами помещали на препаратодержатели и двукратно обезвоживали парами пропиленоксида. Для отведения избыточного заряда с поверхности образца препараты напыляли методом магнетронного распыления ионов золота или платины с целью нанесения токопроводящего слоя. Указанная методика позволяет сохранить естественную архитектонику и получить объективные данные о развитии и структурной организации популяций микроорганизмов в процессе естественного роста.

Бактериальные популяции существуют в составе структурированных сложноорганизованных сообществ – биопленок, развитие которых является генетически регулируемым биологическим процессом и имеет определенные закономерности. Благодаря наличию жгутиков, бактерии способны к самостоятельному передвижению (Рис.1А). Завершив процесс адгезии, микроколония растет за счет активного деления клеток (Рис.1Б-Г). Колонизация сопровождается образованием кластеров и продукцией межклеточного матрикса – синтезируемого клеточной стенкой бактерий биополимерных веществ. По мере развития популяции в биопленке формируются каналы (Рис.1Д), которые обеспечивают поступление питательных веществ и кислорода в глубокие слои биопленки, а также выведение продуктов метаболизма бактерий. Благодаря регуляторным механизмам популяция может функционировать как единая многоклеточная система, в которой осуществляется взаимодействие составляющих ее элементов.

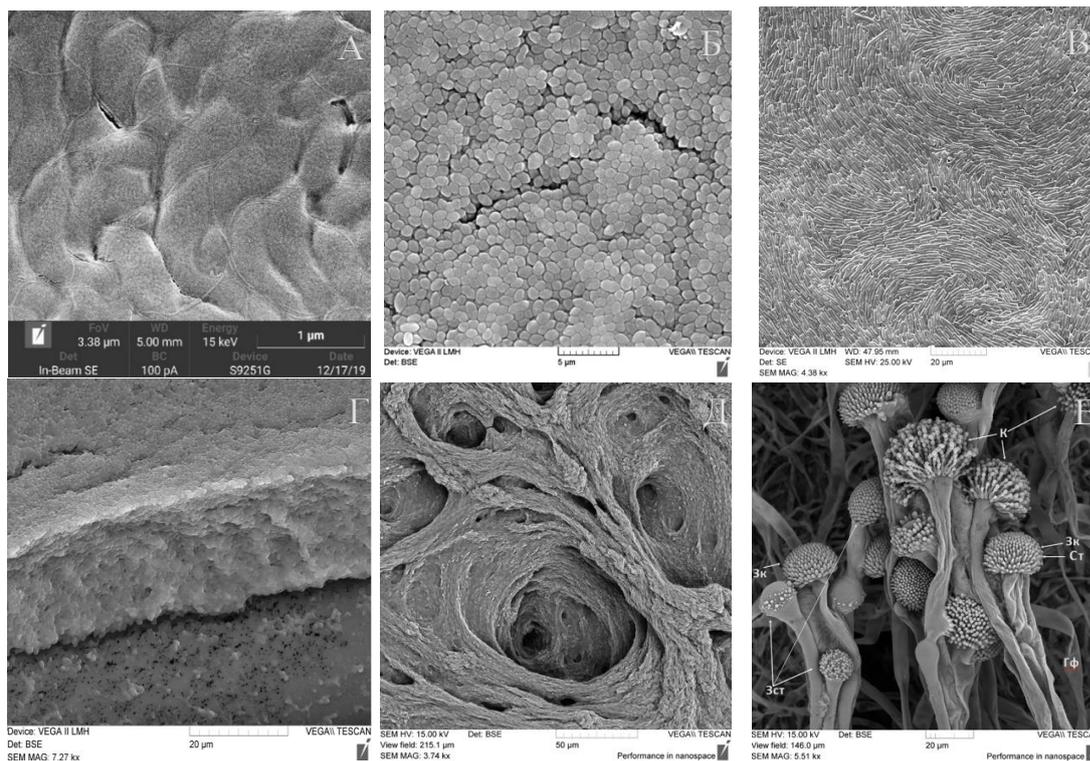


Рис.1. Динамика формирования биопленок: А – жгутики на поверхности *S.jejuni*, Б - адгезия и колонизация *E.faecium*; В, Г, Д – формирование многослойной культуры: В - *L.acidophilus*, Г – *C.albicans*, Д - каналы в биопленке *B.subtilis*,
Е - конидиогенного аппарата *A.fumigatus*: Гф – ги́фа; Зст – зачатки стеригм; Ст – стеригмы; ЗК- зачатки конидий; К – зрелые конидии. СЭМ

Благодаря проведению исследований при низких ускоряющих напряжениях, возможна визуализация тонких структур поверхности биологических образцов.

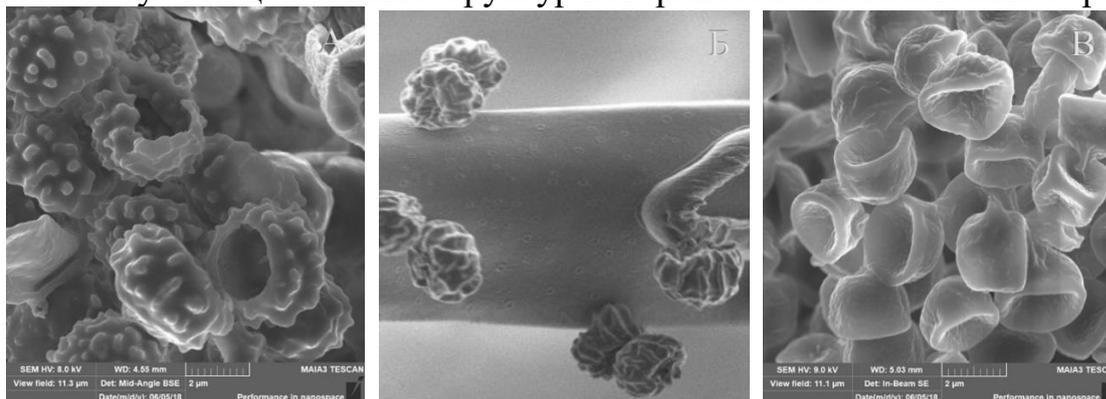


Рис. 2. Различия в морфологии конидиоспор: А – *Aspergillus niger*, Б – адгезия на пористой поверхности ги́фы вегетативного мицелия, В - *Aspergillus flavus*. СЭМ

Проведение комплексных исследований структурно-функциональных изменений в бактериальных популяциях необходимо для целенаправленного создания эффективных препаратов с последующим научно-обоснованным подходом к их применению.

Памяти Ю.С. Ченцова –
одного из основоположников
применения электронной микроскопии
в биологических исследованиях
в нашей стране.

**Прогрессирующая с возрастом реорганизация
митохондриального аппарата скелетной мышцы голого
землекопа (*Heterocephalus glaber*), выявленная с помощью
электронной микроскопии: возможная роль в сохранении
работоспособности мышц.**

Бакеева Л.Е., Вайс В.Б., Вангели И.М., Эльдаров Ч.М.

МГУ имени М.В. Ломоносова, НИИ физико-химической биологии имени А.Н. Белозерского
e-mail: bakееva@belozersky.msu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.85.21.055

Как известно, старение - это сложный физиологический процесс, связанный со значительным снижением нервно-мышечной функции и работоспособности мышц, сопровождающийся структурной дезорганизацией мышечной ткани. Митохондрии играют ключевую роль в этиологии процесса физиологического старения, а также в развитии возраст зависимых патологий.

В настоящее время при изучении процессов старения в центре внимания - исследование видов с естественно сниженными темпами старения. Одним из представителей таких видов является голый землекоп (*Heterocephalus glaber*) - миниатюрный (до 35 г) грызун, который живет в подземных лабиринтах в засушливых и полусухих районах Кении, Сомали и Эфиопии. Одной из наиболее интересных особенностей голого землекопа является продолжительность жизни. Рекорд долголетия для голых землекопов, проживающих в неволе, составляет более 31 года.

В настоящее время активно проводятся поиски научных объяснений феномена долголетия голого землекопа. В связи с этим, чрезвычайно интересным является подробное изучение ультраструктуры тканей *Heterocephalus glaber* и, прежде всего, ультраструктуры митохондрий. Наши исследования ультраструктуры митохондрий кардиомиоцитов голого землекопа показали, что к возрасту 11 лет у *Heterocephalus glaber* не развивается патологического состояния митохондриального аппарата [1]. Ультраструктура митохондриального аппарата соответствует фенотипу молодого животного, что является одним из ранее неизвестных признаков неотении у голого землекопа. Исследование особенностей ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа также представляет большой интерес. Согласно современным данным, митохондриальный аппарат скелетных мышц имеет сложную структурную организацию. В скелетных мышцах весь митохондриальный материал посредством специальных межмитохондриальных

контактов собран в единую митохондриальную систему, образованную разветвлёнными гигантскими митохондриями. Эта система была определена нами как митохондриальный ретикулум [2-4].

Мы провели исследование скелетной мышечной ткани голого землекопа с целью выявления особенностей возрастных изменений ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа. В работе исследована ультраструктура митохондриального аппарата скелетных мышц *m. gracilis* и *m. quadriceps femoris* голого землекопа (*Heterocephalus glaber*) в возрасте: 1 неделя, 6 месяцев, 5 лет, 7 лет, 11 лет. Наши результаты показали, что в скелетных мышцах голого землекопа до 5-ти летнего возраста хондриом слабо развит, представлен небольшим количеством отдельных мелких митохондрий, ультраструктурные признаки старения отсутствуют. Митохондриальный ретикулум не формируется, что можно рассматривать как один из признаков неотении у голого землекопа. Начиная с 5-ти летнего возраста в скелетной мышце голого землекопа происходит становление мощного митохондриального аппарата. К возрасту 11 лет формируется митохондриальный аппарат, структура которого иная, чем известно для скелетной мышцы. Подобная общая архитектура хондриома характерна для кардиомиоцитов. В скелетной мышце голого землекопа с 6 мес. до 11 лет происходит почти пятикратное увеличение доли площади хондриома от общей площади мышечного волокна – с $4,8 \pm 0,42\%$ до $25,8 \pm 3\%$. Рост объема хондриома происходит в значительной степени за счет увеличения числа органелл – количество сечений митохондрий на 1 мкм^2 мышечного волокна возрастает с $0,23 \pm 0,02$ шт/ мкм^2 до $0,75 \pm 0,07$ шт/ мкм^2 . Существенный рост, усиление хондриома не сопровождается патологическими изменениями ультраструктуры митохондриального аппарата.

Мы предполагаем, что формирующаяся к 11 годам в скелетной мышце голого землекопа особая организация митохондриального аппарата обеспечивает необходимый уровень окислительно-восстановительных процессов в мышцах, предупреждая снижение работоспособности и развитие саркопении.

Данная работа была поддержана РФФИ, грант 19-04-00578.

Список литературы:

- [1] L. Bakeeva, V. Vays, I. Vangeli, C. Eldarov, S. Holtze, T. Hildebrandt, V. Skulachev, *Int. J. Mol. Sci.*, **29**, 566 (2019).
A. Author, B. Author, and C. Author, *Journal*, **Volume**, Page (Year).
- [2] L.E. Bakeeva, Yu.S. Chentsov, V.P. Skulachev, *Biochim. Biophys. Acta*, **501**, 349-369 (1978).
- [3] L.E. Bakeeva, Y.S. Chentsov, V.P. Skulachev, *Eur. J. Cell. Biol.*, **25**, 175-181 (1981).

Личинки *Limnochares aquatica* (L., 1758) (Acariformes, Limnocharidae) и особенности их паразитизма с позиций электронной микроскопии

Шатров А.Б., Солдатенко Е.В.

ФГБУН Зоологический институт Российской академии наук, Санкт-Петербург, Россия
e-mail: Andrey.Shatrov.1954@mail.ru (corresponding author)

DOI: 10.37795/RCEM.2020.48.79.056

Водяной клещ *Limnochares aquatica* (L., 1758) относится к низшим гидрахнидиям семейства Limnocharidae с голарктическим распространением и широко представлен в Евразии и Северной Америке. Он отличается крупными размерами, мягкими покровами и дополнительными линьками на дейтонимфальной и взрослой стадиях развития. Если взрослые клещи – хищники, то гетероморфные личинки – паразиты околотовных насекомых, в частности, водомерок *Gerris lacustris* (L., 1758). Личинки ведут полуводный образ жизни – вылупляясь из кладок в воде (Рис. 1), они затем выходят на поверхность, чтобы прикрепиться к прокормителю – водомерке.

Личинки и вызываемые ими повреждения покровов хозяев были исследованы с помощью конфокальной микроскопии (Leica TCS SP5), SEM (Quanta 250) и ТЕМ (Morgagni 268D) методов на базе ЦКП «Таксон» при ЗИН РАН (<http://www.ckp-rf.ru/ckp/3038/>). Личинки питаются в первой половине летнего сезона и при массовом паразитировании прикрепляются к голове, груди и даже ногам водомерок, а одновременное количество питающихся клещей достигает 30 особей (Рис. 2, 3). Время питания составляет до двух недель. Известно, что личинки клещей-паразитенгон, к которым относятся лимнохариды, развивают в покровах животных хозяев, как позвоночных [1], так и насекомых [2], особую трубчатую структуру – стилостом – для более эффективного поглощения жидкого пищевого субстрата. Причем в последнем случае стилостом, как при питании личинок наземных тромбидиид, так и личинок водяных клещей [3], более или менее разветвлен.

Проведенные исследования показали, что питание личинок *L. aquatica* сопровождается формированием атипичного стилостома. Оказалось, что при нападении на хозяина личинка не прорезает крайне толстую (до 20 мкм) кутикулу водомерки, т.е. сквозная перфорация покровов, как это имеет место в случае питания других паразитенгон [1-3], не происходит. Личинка выделяет на поверхность кутикулы хозяина каплю, очевидно, клейкого секрета, к которому прочно приклеиваются ее режущие пальцы (Рис. 4). Далее прекурсоры стилостома проникают в пространство гемоцеля (полость тела) хозяина сквозь кутикулу через поровые каналы. В результате, непосредственно под кутикулой прокормителя формируется зона поражения с разрушением эпидермиса и формированием разветвленной электронно-плотной однородной губчатой

массы, пронизанной в разных направлениях круглыми в сечении электронно-прозрачными каналами. Эти каналы лишены какой-либо внутренней выстилки, а их направление и конфигурация совершенно произвольны (Рис. 5). Всю эту структуру можно с большим или меньшим основанием отождествить со стилостомом других паразитенгон. Такого вида стилостом не проникает глубоко в полость тела прокормителя, как, например, у некоторых тромбидид [2], а остается расположенным вплотную к кутикуле водомерки. Поглощение питательных веществ из тела хозяина происходит, по-видимому, также через поровые каналы кутикулы.

Если допустить, что определенная примитивность лимнохарид распространяется на все аспекты их морфологии и жизнедеятельности, то следует признать, что и сам стилостом еще не получил завершеного морфологического выражения, а переход личинок к паразитизму мог осуществиться в относительно недавней исторической ретроспективе.

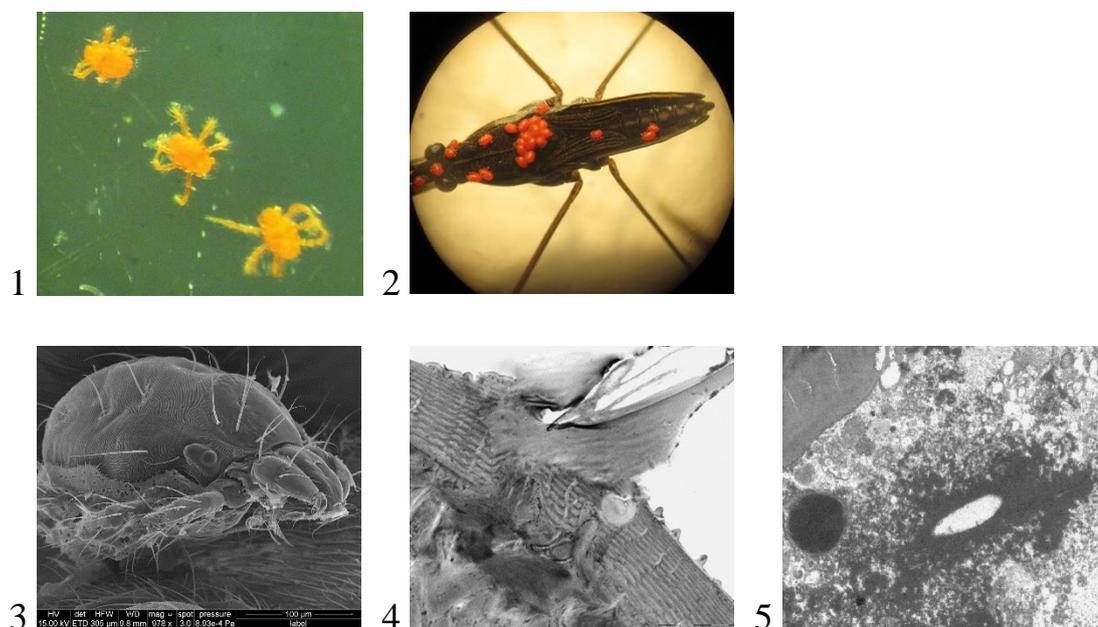


Рис. 1-5. Личинки *L. aquatica* и их питание на водомерках *Gerris*. 1 – голодные личинки в толще воды (макросъемка); 2 – питающиеся личинки на водомерке (макросъемка); 3 – полунапитавшаяся личинка на покровах хозяина, SEM; 4 – капля секрета на поверхности кутикулы с приклеенными хелицерами, TEM; 5 – стилостом под кутикулой, TEM.

Данная работа поддержана грантом РФФИ по проекту № 18-04-00075-а, а также госпрограммами №№ АААА-А19-119020790133-6 и АААА-А19-119020690072-9.

- [1] A.B. Shatrov, *Experimental and Applied Acarology*, **49**, 261-280 (2009).
 [2] A.B. Shatrov, M. Felska, *Experimental and Applied Acarology*, **72**, 339-365 (2017).
 [3] C. Davids, *Netherlands Journal of Zoology*, **23**, 363-429 (1973).

Об электризации адгезионных щетинок геккона-токи в РЭМ и ее причинах

Ивлев Ю.Ф.¹, Осипов Н.Н.², Трофимов О.В.², Ильин А.И.²

¹ Институт проблем Экологии и Эволюции им. А.Н. Северцова Российской академии наук, 119071, Москва, Ленинский проспект, 33

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

DOI: 10.37795/RSEM.2020.13.97.057

Адгезионные способности лап гекконов – объект пристального изучения. Адгезионные контакты создаются на дистальных концах нанощетинок диаметром 200-300нм. Сами нанощетинки являются концами расщепленных микрощетинки толщиной в несколько микрон и длиной порядка 100 мкм (Рис.1 а). При контакте подошвенной поверхности пальцев этих животных с опорой удельная адгезия достигает 10 Н/см² или 10⁵ Па [1].

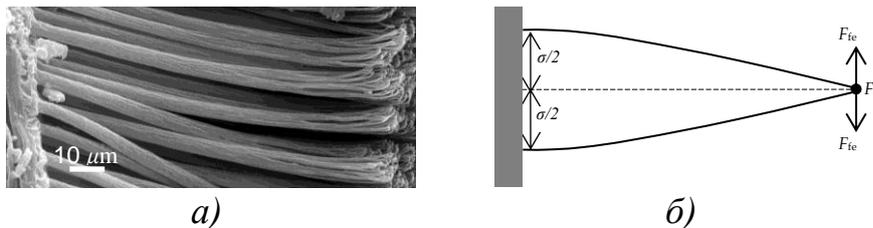


Рис. 1. а) адгезионные щетинки геккона *Gekko gecko*; б) силе взаимной адгезии соседних щетинок F_{ff} противодействует сила их упругой деформации F_{fe} .

Высокая адгезия такого фибриллярного покрытия к опоре вызывает вопрос: почему щетинки сами не слипаются друг с другом? Убедительного ответа на него нет, несмотря на то, что снижение адгезионных свойств при слипании микрофибрилл может быть проблемой для создания искусственных адгезивов [2].

Предполагается, что взаимному слипанию препятствует жесткость щетинок [2]. Для оценки этого допустим, что F_{fe} – это сила упругости, которую нужно преодолеть, чтобы сместить конец щетинки на половину расстояния до соседней щетинки (σ), а F_{ff} – это сила их возможной адгезии при контакте (Рис. 1-б). Две щетинки не слипнутся при условии

$$F_{fe} > F_{ff} . \quad (1)$$

Сила упругости $F_{fe} = k \cdot \sigma/2$, где k – это жесткость микрощетинки (Н/м). Если допустить, что сила взаимной адгезии между дистальными частями щетинок F_{ff} примерно соответствует силе их адгезии к субстрату, то: $F_{ff} \approx A \cdot \sigma^2$ (где A – удельная адгезия покрытия, Па). Из неравенства (1) и значений F_{fe} и F_{ff} следует, что для предотвращения слипания концов щетинок их жесткость должна удовлетворять условию:

$$k > 2A \cdot \sigma . \quad (2)$$

Прямые измерения жесткости щетинок методами АСМ показывают, что их жесткость недостаточна для выполнения условия (2). Так, при $A = 10^5$ Па и $\sigma = 10$ мкм правая часть выражения (2) равна 2 Н/м, а левая часть, то есть жесткость k щетинки длиной 100 мкм, составляет только 0.3 Н/м. Если же адгезия дистальных частей щетинок между собой окажется существенно меньше адгезии к субстрату, то жесткость щетинок будет достаточной для предотвращения их слипания.

Причиной снижения взаимной адгезии щетинок может быть стабильная электризация их поверхности. Электризация отдельных щетинок, усиленная облучением электронами, хорошо видна в РЭМ (Рис. 2).

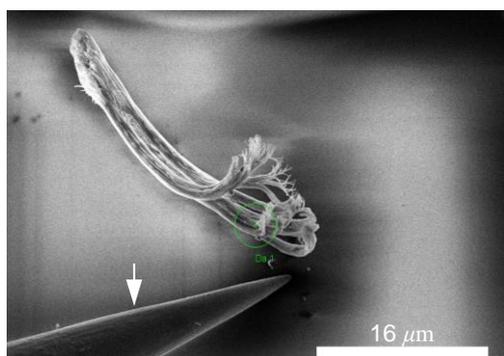


Рис. 2. Свечение щетинки с дистальными концами при электризации под действием электронного пучка по отношению к стальной игле манипулятора (выделен стрелкой) и диэлектрической поверхности окисленного Si в РЭМ ($U = 5$ кВ, $I = 100$ пА).

Электростатическое отталкивание одинаково заряженных щетинок будет препятствовать их слипанию. При этом адгезия к электронейтральной опорной поверхности не должна быть нарушена. Отрицательную электризацию адгезионных микрощетинков, наблюдаемую методами РЭМ, мы не считаем артефактом, так как один из белков класса бета-кератинов, участвующих в формировании адгезионных щетинок, имеет суммарный отрицательный заряд [3]. Щетинка, состоящая из таких белков, может иметь отрицательный заряд на всей своей поверхности и сильно электризоваться в РЭМ, что подтверждается экспериментальными результатами.

1. *K. Autumn, J. Puthoff. Biological Adhesives (A.M. Smith ed.) Cham: Springer, 2016, 245-280.*
2. *M. Sitti, R.S. Fearing. J. Adhes. Sci. Technol., 2003, 18, 1055-1073.*
3. *L. Alibardi. J. Exp. Zool., 2013, 319A, 166-178.*

Структурная организация хроматина и ядрышкового домена в соматических ядрах инфузорий

Попенко В.И.¹, Караджян Б.П.², Иванова Ю.Л.¹, Леонова О.Г.¹

¹ Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, ул.Вавилова 32, Москва 119991, Россия

² Институт цитологии РАН, Тихорецкий просп. 4, Санкт-Петербург 194064, Россия

e-mail: popenko@eimb.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.20.18.058

Пространственная организация генетического материала в клеточном ядре является важнейшим эпигенетическим фактором, регуляции экспрессии генома. Размер молекул хромосомной ДНК высших эукариот составляет десятки и сотни м.п.н. На основании электронно-микроскопических и биохимических данных были предложены разные модели высших уровней организации хроматина в ядре высших эукариот. Среди наиболее известных - радиально-петельная модель [1], модель иерархии спиралей [2], модель дискретных уровней организации (нуклеосомы – нуклеомеры – 20-30 нм фибриллы - хромомеры - хромонемы) [3]. Было показано наличие петель размером 100-200 т.п.н. в составе структур хроматина, которые, как предполагалось в радиально-петельной модели, образуются при связывании с белками ядерного матрикса специфических последовательностей ДНК (SAR/MARs) в основании петель. В хромомерно-хромонемной модели наличие петель объяснялось прохождением фибрилл хроматина через "транскрипционно-трансляционные фабрики" в центральной части хромомеров. Однако последние исследования молекулярными методами (Hi-C и др.) позволили предложить новую модель, в которой ядерный матрикс отсутствует, а пространственная организация хроматина в ядре определяется только взаимодействием между участками нуклеосомных фибрилл хроматина, что приводит к формированию так называемых топологически ассоциированных доменов (ТАД). Предполагается, что транскрипция происходит на границах ТАДов или в участках интерТАДов, соответствующих декомпактизованному активному хроматину. Такая организация ядра обнаружена у многих животных клеток, у дрозофил, но отсутствует у амёб [4]. Вопрос о том, насколько общей является такая организация генома для всех эукариот, является открытым.

Инфузории являются уникальными одноклеточными организмами, каждая клетка которых содержит ядра двух типов – неактивные генеративные ядра (микронуклеусы) и транскрипционно-активные полиплоидные соматические ядра – макронуклеусы (МА). Геном последних представлен большим количеством (сотни и тысячи) относительно коротких молекул ДНК - минихромосом. Целью данной работы было выяснить, соответствует морфология структур хроматина в МА модели ТАД.

В данной работе исследовали инфузории *Bursaria truncatella* (размер молекул ДНК МА ~50-450 т.п.н.), *Didinium nasutum* (~50-800 т.п.н.) и *Paramecium aurelia* (~65-1100 т.п.н.). Электронная и конфокальная микроскопия показывают, что молекулы ДНК МА плотно упакованы в хроматиновые тельца размером 80-200 нм. Установлено, что каждое такое тельце может содержать как одну, так и несколько молекул ДНК. Размер ДНК в ТАДах ядер эукариот составляет от ~100 т.п.н. у дрозифилы до ~1000 т.п.н. у высших эукариот [4], что соответствует размеру ДНК в хроматиновых тельцах МА. При декомпактизации в растворах с низкой силой хроматиновые тельца декомпактизуются с образованием петель по периферии тельца, при этом видно, что тельца соединены между собой одной или несколькими фибриллами хроматина. С помощью дифференциального контрастирования нуклеиновых кислот на ультратонких срезах показано, что транскрипция происходит на периферии хроматиновых тельца. Таким образом, по морфологическим параметрам хроматиновые тельца МА соответствуют ТАДам в ядрах высших эукариот.

Выявлены и некоторые отличия в организации ТАДов и хроматиновых тельца. Наши электронно-микроскопические данные показывают, что концы молекул ДНК МА закреплены в центральной части хроматиновых тельца. Известно, что на концах ДНК МА расположены GC-богатые теломерные последовательности, которые в комплексе с белками могут образовывать квадруплексы. Подобные гуаниновые квадруплексы были иммуноцитохимически визуализированы в МА *Stylonychia lemnae* [5].

Следует отметить, что, несмотря на однотипную организацию хроматина в МА во всех исследованных видах инфузорий, пространственная организация ядрышкового домена в них отличается. Наши данные электронной микроскопии и конфокальной микроскопии показывают, что в МА *D.nasutum* ядрышко имеет инвертированное по сравнению с ядрышками высших эукариот расположение компонентов: по периферии находится фибриллярный компонент, а в центре – гранулярный. В то же время в клетках *B.truncatella* и *P.aurelia* структура ядрышек соответствует структуре "классических" ядрышек у высших эукариот.

Работа поддержана Программой фундаментальных исследований государственных академий наук на 2013 - 2020 годы (тема № 01201363823).

...

Список литературы:

- [1] J.R. Paulson, and U.K. Laemmli, *Cell*, **12**, 817–828 (1977).
- [2] N. Kireeva, M. Lakonishok, I. Kireev, T. Hirano, and A.S. Belmont, *J. Cell. Biol.*, **166**, 775-785 (2004).
- [3] O.V. Zatsepina, V. Yu. Polyakov, Yu.S. Chentsov, *Chromosoma*, **88**, 91-97 (1983)
- [4] S. V. Razin and A. A. Gavrilov, *Biochemistry (Moscow)*, **83**, 302-312 (2018).
- [5] R.F. Hoffmann, Yu.M. Moshkin et al., *Nucl. Acids Res.*, **44**, 152-163 (2016)

Трёхмерный анализ ПЛЛА-матриц для тканевой инженерии

Михуткин А.А.¹, Камышинский Р.А.^{1,2}, Генчури Т.Х.¹, Григорьев Т.Е.¹, Чвалун С.Н.¹,
Васильев А.Л.^{1,2}

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

²Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Москва
e-mail: alex.mikhutkin@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.14.059

Для создания природоподобных биоискусственных систем для регенеративной медицины, в частности искусственных тканей, необходима их полная качественная и количественная характеристика. Основа тканей – матрикс, т.е. каркас на котором закрепляются клетки, обладающий необходимыми механическими, биохимическими и морфологическими свойствами. Для этой цели удобно применять искусственные матрицы на основе биосовместимых полимеров таких, как, например, поли-L/L-лактид (ПЛЛА), созданные методом электроформования, позволяющим получать сетку (каркас) из микроволокон. Для формирования тканеинженерных конструкций необходимо изучение процессов взаимодействия клеток и матрикса, адгезии и пролиферации клеток. Матрицы и клетки – трёхмерные объекты и взаимодействуют в трех измерениях, поэтому для их полноценного изучения необходимы методы трёхмерной реконструкции.

Проведено комплексное исследование биосовместимых полимерных матриц на основе ПЛЛА для тканевой инженерии с использованием конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (КЛСМ) и растровой электронной микроскопии (РЭМ). КЛСМ имеет возможность сканирования по глубине образца, что позволяет получить трёхмерные массивы данных. Для определения морфологии поверхностей волокон матрикса, оказывающей существенное влияние на процессы адгезии и пролиферации клеток к волокнам, используется РЭМ. Применение и разработка методов трёхмерной реконструкции и анализа с использованием оптической и электронной микроскопии позволяет решить задачу полноценной характеристики создаваемых микроструктур на всех этапах [1]: от создания биосовместимых матриц до тканеподобных биоискусственных систем. Представленная работа посвящена применению и развитию методов трёхмерной реконструкции и количественного анализа матриц с помощью КЛСМ, а также общей характеристики матриц и систем матрикс-клетки методами РЭМ и КЛСМ.

С использованием компьютерной обработки экспериментальных данных восстановлена структура волокон матрикса (рис. 1а) и пустотного пространства между ними. Были использованы различные подходы трёхмерной реконструкции и анализа волокон и пустотного пространства матриц [1]. Полученные данные позволили произвести всесторонний количественный

микроструктурный анализ, в частности, определить значение пористости и объемную долю волокон, получить распределение пор по размерам и вычислить средний диаметр пор, подсчитать площадь поверхности волокон матрикса, доступную для адгезии клеток. Результаты сравнивались и дополнялись результатами, полученными с помощью РЭМ.

В итоге получены данные о различиях микроструктуры областей полимерных матриксов, прилегающих к электроду при изготовлении, и остальной части их объема; изучено влияние увеличения толщины PLLA-матрикса на микроструктуру и, в том числе, на жизнеспособность и процессы пролиферации клеток.

Полученные трехмерные модели матриксов были использованы в задаче моделирования процессов, происходящих в биореакторе [2]. Изучение процесса протекания жидкости сквозь исследуемый материал позволяет определить оптимальные условия роста клеток и микроорганизмов. В результате симуляции протекания жидкости сквозь пустотное пространство матриксов двумя подходами получены параметры полей скоростей, давлений, а также значения проницаемости (рис. 1).

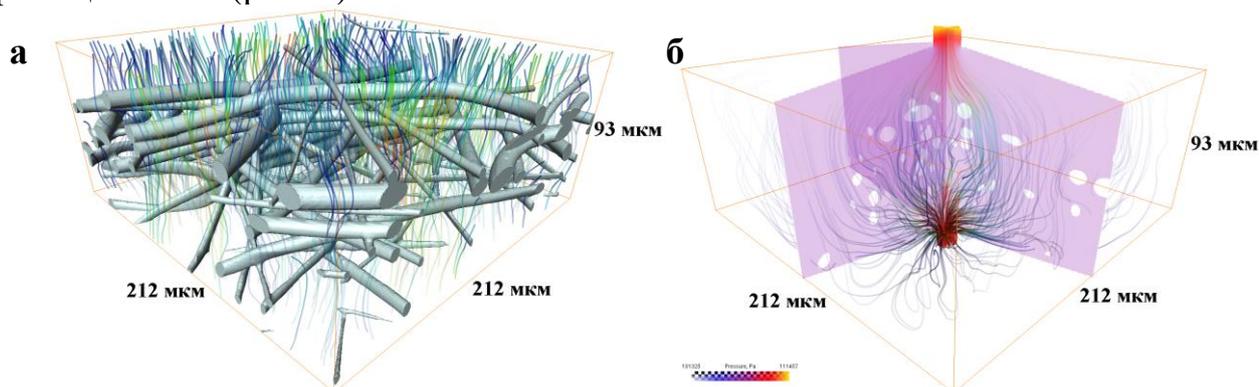


Рис.1. **а** – Трехмерная реконструкция волокон PLLA-матрикса (волокна показаны серым цветом) и визуализация векторного поля возмущений скорости по результатам моделирования протекания жидкости сквозь пустотное пространство PLLA-матрикса (второй подход): линии потока – цветные линии, где цвет отражает значение скорости; **б** – визуализация векторного поля скоростей со скалярным полем давлений по результатам моделирования протекания жидкости сквозь пустотное пространство PLLA-матрикса (первый подход): линии потока – цветные линии, где цвет отражает значение скорости, давление визуализировано поперечными сечениями.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФ, грант №17-13-01376.

Список литературы:

- [1] Mikhutkin A.A. et al., *BioNanoScience*, **8**, 511–521 (2018).
- [2] Михуткин А.А. и др., *Известия РАН. Серия Физическая*, **83**, 1497-1500 (2019).

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

Секция 1.

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

Direct measurements of adhesion between diamond and metallic matrix using novel in situ TEM technique

Loginov P.A.¹, Sidorenko D.A.¹, Orekhov A.S.^{2,3}, Levashov E.A.¹

¹*NUST MISIS, Leninskiy prospect, 4, Moscow, 119049, Russia.*

²*Shubnikov Institute of Crystallography, Federal Scientific Research Centre “Crystallography and Photonics”, Russian Academy of Sciences, Leninskiy pr. 59, Moscow, 119333, Russia*

³*National Research Centre “Kurchatov Institute”, Akademika Kurchatova pl. 1, Moscow, 123182, Russia
e-mail: pavel.loginov.misis@list.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.23.49.060

Diamond cutting tools are widely used for cutting, drilling, and grinding of hard-to-machine materials, such as natural stone, reinforced concrete, cemented carbides, ceramics and so on. Diamond tool is a composite material consisting of diamond grains and a binder, typically metal. Binder is intended to retain diamond grains until their complete wear, ensuring self-sharpening of the tool. Adhesion of diamond to metallic binder is provided by mechanical gripping, chemical interaction and intermolecular interaction, i. e. by Van der Waals forces. Adhesion between components in diamond-based metal matrix composites has a substantial influence on mechanical properties (and hence tool life and productivity) and thermal conductivity.

Up to now, no methods for direct measurement of diamond-binder adhesion were published. It is known, that adhesion can be evaluated only by indirect methods, for example, by comparison of tool surface condition and proportion of retained and dropped out diamonds in the working layer after cutting or grinding tests. The disadvantage of this method is obvious – it is always necessary to have some reference samples, tested at exactly the same conditions, to make a conclusion about the adhesion.

We offered a novel method of direct adhesion measurement in transmission electron microscope. For this purpose we applied Hysitron PI 95 Picoindenter and Hysitron Push-to-Pull (PTP) devices, which are designed for testing of microscale samples with accumulation of quantitative load-displacement data. PTP devices are made of silicon and act like a spring. They can transform compression loads, applied by diamond indenter, into tensile loads. It is demonstrated in Figure 1 a.

The specimens for the tests were prepared by the method of double-beam electron-ion microscopy using the Scios microscope (FEI, USA). The specimens had a dumbbell shape (similar to the shape of the samples for standard tensile tests) with dimensions $3 \times 0.7 \times 0.1 \mu\text{m}$ and consisted of two areas – a metal matrix on the side of one support and diamond on the side of the other support (Figure 1 b).

In situ TEM tensile tests were carried out at room temperature with constant displacement rate – 1 nm/s. The adhesion fracture of the specimen was observed at loads 70 – 150 μN , according to the specimens' thickness. The adhesion was calculated as ultimate tensile strength after precise measurement of the thickness in SEM. It equals to 90 MPa.

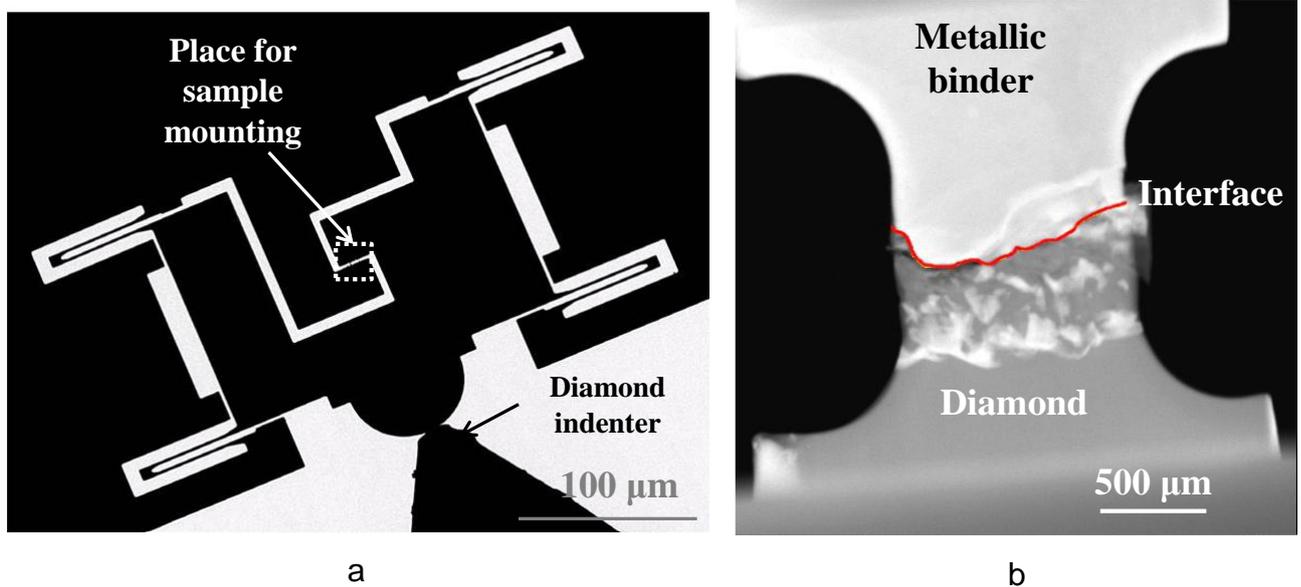


Figure 1. TEM-image of Push-to-pull device (a) and STEM-image of lamella for in situ tensile test (b)

This work was carried out with financial support from the Russian Science Foundation (Project no. 17-79-20384).

References:

- [1] D. Sidorenko, E. Levashov, P. Loginov, N. Shvyndina, E. Skryleva, A. Yerokhin. Self-assembling WC interfacial layer on diamond grains via gas-phase transport mechanism during sintering of metal matrix composite, *Materials & Design*, **Vol.106**, P. 6–13 (2016).
- [2] D.A. Sidorenko, E.A. Levashov, K.A. Kuptsov, P.A. Loginov, N.V. Shvyndina, E.A. Skryleva. Conditions for the in-situ formation of carbide coatings on diamond grains during their sintering with Cu-WC binders, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **Vol. 69**, P. 273–282 (2017).

Функция радиального распределения атомов в аморфных веществах по данным электронной дифракции

Кулыгин А.К.¹, Авиллов А.С.¹, Новикова В.В.¹, Васин О.И.²

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

²Краснодарское высшее военное училище им. генерала армии С.М. Штеменко, Краснодар, Россия
e-mail: kuligin57@gmail.com

DOI: 10.37795/RSEM.2020.93.63.061

Атомная структура аморфных материалов характеризуется так называемым “ближним порядком”, с которым связана и специфическая дифракционная картина, состоящая из широких максимумов (гало). Отсутствие узких (как в случае кристаллов) дифракционных максимумов свидетельствует об отсутствии или незначительном проявлении в исследуемой структуре дальнего порядка.

Основное уравнение, по которому рассчитывается ФРП аморфных веществ $\rho(r)$:

$$4\pi r^2 \rho(r) = 4\pi r^2 \rho_0 + \frac{2r}{\pi} \int_{s_1}^{s_2} s \cdot \left(\alpha \frac{I_3(s) - I_C(s)}{\sum f^2(s)} \right) \exp(-bs^2) \sin(sr) ds \quad (*)$$

Здесь r – расстояние между атомами, $\rho(r)$ и ρ_0 – радиальная и средняя атомные плотности; $\rho_0 = d/(Mm_0)$, где d – массовая плотность, m_0 – масса атома водорода, M – относительная молекулярная масса вещества; $s = 4\pi(\sin\theta)/\lambda$, где 2θ – угол рассеяния, λ – длина волны изучения, $\exp(-bs^2)$ – температурный множитель, b – температурный коэффициент, характеризующий тепловое движение и среднеквадратическое смещение атомов около положения равновесия, выражение под интегралом в больших скобках – нормированная интерференционная функция, определяемая из дифракционного эксперимента, где $I_3(s)$ – экспериментально измеренная дифракционная кривая, $I_C(s)$ – результат сглаживания кривой $I_3(s)$ с помощью специально подобранного алгоритма (например, полином, определяемый методом наименьших квадратов), $f(s)$ – амплитуда атомного рассеяния, $f^2(s)$ – интенсивность атомного рассеяния или сумма интенсивностей рассеяния входящих в структуру атомов разного сорта в соответствии с известным или предполагаемым (уточняемым) стехиометрическим составом исследуемого вещества, α – коэффициент нормировки, зависящий от условий эксперимента.

Информация о коэффициенте нормировки α_0 содержится в экспериментальной зависимости $I_3(s)$. В работе [1] была высказана идея метода нахождения точного значения коэффициента нормировки α_0 . При различных, но достаточно малых значениях температурного параметра b , кривые ФРП, рассчитанные в соответствии с уравнением (*), должны давать одинаковые значения координационных чисел. Физически это означает, что структура аморфного или жидкого состояния стабильна в некотором температурном интервале, поскольку параметром b фактически задается приращение

среднеквадратичного смещения атомов, а множитель $\exp(-bs^2)$ учитывает влияние изменения температуры на $I_{\Theta}(s)$ и, в конечном счете, на ФРР.

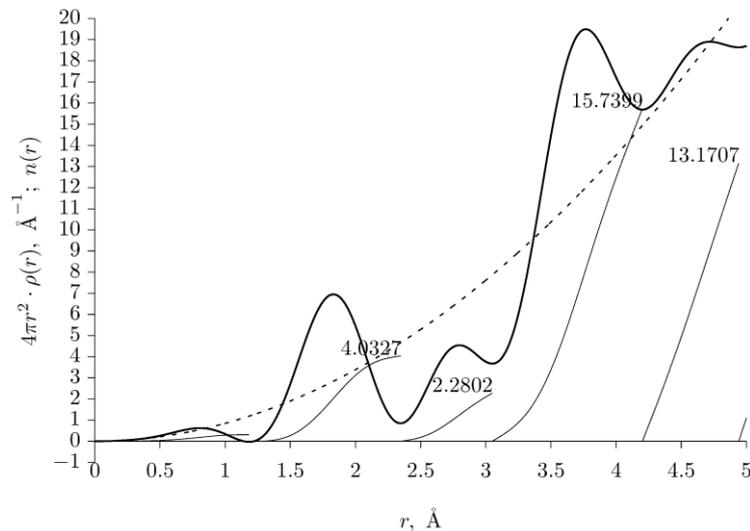


Рис. 1. ФРР для аморфной пленки WO_3 , полученной пиролизом. Для каждого пика (интервала между соседними минимумами) построена интегральная кривая (тонкая линия) и подписаны значения интегралов (координационных чисел). «Средняя» кривая радиального распределения $4\pi r^2 \rho_0$ показана пунктиром.

Метод состоит в том, чтобы, подставляя в (*) различные фиктивные значения α и b , найти такое их сочетание, при котором значения координационных чисел не будут зависеть от b (для сопоставления использовалось первое координационное число n_1). Полученные в результате α и координационные числа считаются правильными.

Для получения α с достаточной точностью нужны точные измерения. В 1983 г. в [1] была высказана и экспериментально проверена идея. Качественные экспериментальные данные удалось получить спустя много лет после создания необходимой аппаратуры [2] и ПО для анализа экспериментальных данных [3]. Такой анализ нетривиален. Так, кривые $n_1(\alpha)$ фактически не пересекаются в одной точке, а образуют сложную структуру, которую необходимо анализировать и интерпретировать.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

- [1] О.И. Васин, Г.И. Гладышева, Э.И. Дагман *Кристаллография*, 1983. Т. 28. № 3. С. 446.
- [2] А.К. Кулыгин, К.В. Кулыгин, А.С. Авилов *Кристаллография*, 2020. Т. 65. No 2. С. 325
- [3] О.И. Васин, А.К. Кулыгин, В.В. Новикова и др. *Кристаллография*. 2019. Т. 64. № 5. С. 743.

Application of the three-dimensional reconstruction method using scanning electron microscopy stereo images for calibration of step height standards in sub-micrometer range

Mityukhlyayev V.B.¹, Maslov V.G.¹, Ahbe T.², Dai G.², Hu X.², Diener A.²,
Karabanov D.A.³, Milovanova E.A.³

¹Center for Surface and Vacuum Research (NICPV), Moscow, Russia

²Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Germany

³Russian Research Institute of Metrological Service (VNIIMS), Moscow, Russia
e-mail: vbm@nicpv.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.90.52.062

Step height standards (SHS) for calibrating of stylus profilometers and probe microscopes in sub-micrometer range are usually made as relief elements on silicon surface. In order to achieve the traceability of measurements in the process of calibration, probe microscopes combined with a laser interferometer are usually used. These measuring instruments are quite unique and expensive. We present the results of the study of the alternative approach to solve this problem, which is based on the use of the three-dimensional reconstruction method using SEM (3D-SEM reconstruction method).

3D-SEM reconstruction method was proposed in 1973 [1]. This method is based on the acquisition of stereo images at two angular positions of the object under study. 3D-SEM technique is highly demanding for measuring 3D geometry of complex nano structures, particularly in the nanoelectronic industry, for process development and control [2]. However, the conventional use of this method for precise measurements of SHS deals with difficulties in processing of stereo images, since the high quality of surface treatment for this type of objects leads to the absence of contrasting elements in SEM images. Besides, application of the 3D-SEM reconstruction method may be impossible if the relief elements of SHS are made of oxide structures. For this work we used the step height standard formed by the relief elements (protrusions) of silicon dioxide on a silicon substrate. A nominal value of the step height is 450 nm.

The measurement method is based on the use of:

- a comparison measure from a single-crystal silicon, containing protrusions of approximately the same height as for the SHS;
- stylus profilometer D-600 for measurements in comparator mode;
- S-4800 scanning electron microscope for performing measurements in three-dimensional reconstruction mode.

According to the proposed method, at first the K ratio of the step heights for the SHS and the comparison measure is measured. Then, using 3D-SEM reconstruction method, the step height h of the comparison measure is determined.

At last, the step height value H for the SHS is calculated by the formula $H = h \cdot K$. To implement this measurement program, we used a comparison measure made by

anisotropic etching along (111) planes of a (100) single-crystal silicon wafer. We measured the value of $K = 1,0052$.

Before a 3D-SEM reconstruction, a gold film of 2 nm thick was deposited on the comparison measure by magnetron sputtering followed by annealing in vacuum at a temperature of 300°C for 30 min to form contrast elements [3]. The stereo images were obtained using S-4800 SEM with a sample tilt angles of $\pm 15^\circ$ and magnification of x20K. SEM magnification was calibrated by the calibration standard 150-D2 (period of 144 nm), calibrated at PTB (Germany) by optical diffractometry with a relative error of less than 0.1%. Using processing of stereo images we calculated the step height for the comparison measure $h = 457.3$ nm and for SHS $H = 459.7$ nm. All measurements were fulfilled in NICPV.

To confirm the correctness of the approach proposed in this work, the step height standard was also measured (using additional step height measure) with Met.LR-AFM (PTB, Germany) and Form TalySurf (VNIIMS, Moscow). Met.LR-AFM is the metrological large range AFM, combined with a laser interferometer. The contact profilometer Form TalySurf is part of the National primary special standard of unit length in the field of measuring surface roughness parameters (GET 113-2014).

According to ISO 13528:2005 a check for statistical consistency of the results with their associated uncertainties was made by calculating the En value for each result, where En is defined as the ratio of the deviation from the weighted mean, divided by the expanded uncertainty of this deviation. If $En < 1$ the results can be considered positive.

All the calculated results for SHS, including the step height (H), expanded uncertainty (U) and En value are given in the table.

	3D-SEM	PTB (Met.LR-AFM)	VNIIMS (Form TalySurf)
H , nm	459.7	456.4	455.5
U , nm	4.0	1.7	9.1
En	0.8	0.7	0.2

The coincidence (taking in account the expanded uncertainty of measurements) of the data obtained by the 3D-SEM reconstruction method with the measurement results based on laser interferometry (PTB) and contact profilometry (VNIIMS) confirms the possibility of application the 3D-SEM reconstruction method for metrological purposes.

References

- [1] Piazzesi G. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* **6** pp. 392–396 (1973).
- [2] Orji N.G., Badaroglu M., Barnes B.M., Beitia C., Bunday B.D., Celano U., Kline R.J., Neisser M., Obeng Y., Vladar A.E. *Nature Electronics* **1**, pp.532-547 (2018).
- [3] A.Yu.Kuzin, A.L.Vasilev, D.A.Karabanov, V.B.Mityukhlyaev, A.A.Mikhutkin, M.Yu.Presnyakov, P.A.Todua, M.N.Filippov. *Measurement Techniques* **59** pp.817-821 (2016).

Состав и топография слоев Ga₂O₃/Si, выращенных магнетронным распылением

Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Зубков С.Ю., Никольская А.А., Королев Д.И.,
Михайлов А.Н., Питиримова Е.А., Чигиринский Ю.И., Тетельбаум Д.И.

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
e-mail: nikolitchev@phys.unn.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.25.54.063

Улучшение свойств Ga₂O₃ для применения его в электронной технике является одним из приоритетных направлений материаловедения. Проблема контролируемого изменения характеристик материала и нахождения связи между свойствами и параметрами получения Ga₂O₃ может быть решена при использовании неравновесных способов создания и легирования слоев Ga₂O₃ на Si, в том числе методов магнетронного распыления и ионной имплантации. Успешное применение этих методов требует детального изучения примесно-дефектного состава, который является основным фактором, определяющим свойства структур Ga₂O₃/Si.

В работе приводятся результаты предварительных исследований слоев Ga₂O₃, выращенных методом магнетронного напыления на подложке кремния (КЭФ 4,5 с ориентацией (100)) при температуре подложки 500 °С. Поверхность пластин перед помещением в камеру подвергалась стандартной химической очистке. В модернизированной ростовой установке (УВН-76) использовались мишени, спеченные из порошка Ga₂O₃ (чистота мишени 99.999 %). Мощность, источника составляла 300 Вт; время напыления – 60 мин.; рабочий вакуум в камере роста – 5·10⁻³ Торр при начальном – 2·10⁻⁶ Торр; соотношение парциальных давлений рабочих газов в камере нанесения: Ar – 80 %, O₂ – 20 %.

Изучение топографии поверхности выполнялось на атомно-силовом микроскопе (АСМ) NT-MDT Solver Pro в неконтактном режиме с дополнительным фазовым контрастом. Исследование химического состава проводилось методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) на СВВ комплексе Omicron Multiprobe RM. Фотоэмиссия возбуждалась монохроматизированным Al K_α-излучением. Послойное профилирование осуществлялось травлением ионами Ar⁺ с энергией 1 кэВ. Запись большого количества ФЭ-линий (O 1s, C 1s, Si 2s, Si 2p, Ga 3s, Ga 3p и Ga 3d) позволило контролировать частичное перекрытие линий галлия и кремния, а также галлия и кислорода на спектрах для уменьшения погрешности разложения.

Методом АСМ на поверхности слоя обнаружено наличие неоднородностей с размерами 10 – 20 мкм. Тем не менее, в «бездефектных» областях шероховатость поверхности не превышает 2 нм.

Ширина запрещенной зоны, рассчитанная с использованием линии кислорода O 1s и плазмона со стороны меньших кинетических энергий [1], составила 4,8 эВ, что согласуется с литературными данными для β-Ga₂O₃ [2].

Правильность разложения ФЭ-линий проверялась с использованием алгоритма [3]. Исходя из соотношения концентраций галлия и кремния в различных химических состояниях (Ga_2O_3 , Ga_2O , SiO_2 , Si_2O_3 , SiO) и общего содержания всех элементов, концентрация кислорода определялась как:

$$C_O = \left(\frac{3}{2} \cdot I_{\text{Ga}_2\text{O}_3} + \frac{1}{2} \cdot I_{\text{Ga}_2\text{O}} \right) / S_{\text{Ga}3d} + \left(2 \cdot I_{\text{SiO}_2} + \frac{3}{2} \cdot I_{\text{Si}_2\text{O}_3} + 1 \cdot I_{\text{SiO}} + \frac{1}{2} \cdot I_{\text{Si}_2\text{O}} \right) / S_{\text{Si}3s} \quad (1)$$

где I – интенсивности аппроксимирующих функций, S – факторы относительной чувствительности линий. При проведении разложения не было обнаружено компонент Si^{2+} и Si^{1+} , что упростило процедуру разложения и расчета.

Послойный химический анализ (рис. 1) продемонстрировал, что, помимо компоненты Ga^{3+} , соответствующей Ga_2O_3 , во всем слое присутствовало состояние Ga^{1+} (Ga_2O) в количестве, сравнимом с Ga^{3+} . Также наблюдалось наличие Ga^0 . Металлический галлий, возможно, присутствовал в виде микрообъектов, обнаруживаемых АСМ и оптическим микроскопом. Этот вопрос требует уточнения с применением метода растровой электронной и сканирующей оже-микроскопии.

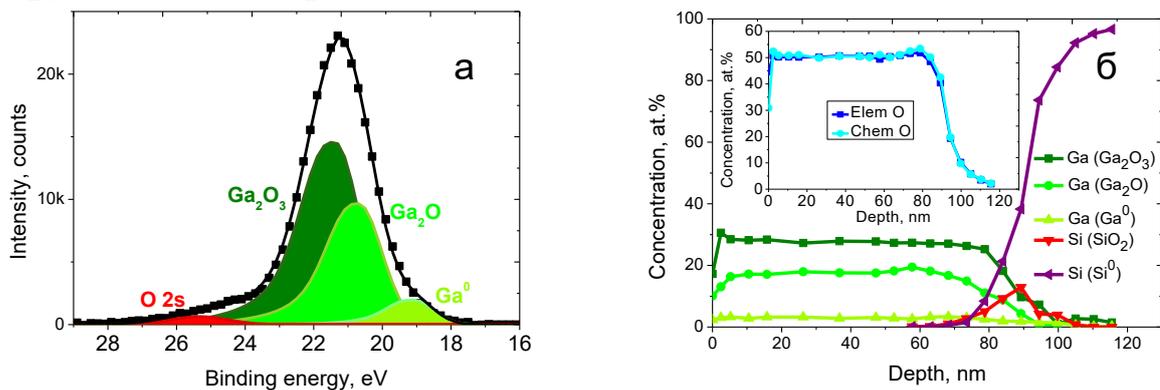


Рис. 1. ФЭ-линия $\text{Ga } 3d$, полученная на глубине 15 нм, и её разложение (а); профиль распределения концентрации химических состояний в структуре $\text{Ga}_2\text{O}_3/\text{Si}$, выращенной при 500 °С (б). На вставке профили распределения содержания кислорода, полученные из элементного анализа и согласно (1).

Показано, что, хотя метод магнетронного распыления принципиально применим для создания слоев Ga_2O_3 на Si , тем не менее, требуется тщательный подбор технологических параметров для исключения дефектов и устранения дополнительных фаз Ga^0 и Ga_2O .

Данная работа была поддержана грантом РРФИ № 19-57-80011 БРИКС_m.

Список литературы:

- [1] Seiichi Miyazaki. Appl. Surf. Sci. **190**, 66-74 (2002).
- [2] S.J. Pearton, J. Yang, P.H. Cary, F. Ren, J. Kim, M.J. Tadjer, and M.A. Mastro Appl. Phys. Rev. **5**, 011301 (2018).
- [3] A.V. Boryakov, S.I. Surodin, R.N. Kryukov, D.E. Nikolichev and S.Yu. Zubkov. J. El. Spec. Rel. Phen. **50**, 1443-1448 (2018).

Разработка автоматизированного комплекса дифракционного картирования

Каратеев И.А., Овчаров А.В., Каратеева К.Г., Михуткин А.А., Пресняков М.Ю.

НИЦ «Курчатовский Институт», 123182, Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1
e-mail: iakarateev@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.72.50.064

Современные задачи материаловедения, такие как исследование облученных материалов, полупроводников, композитных материалов и объектов культурного наследия, требуют от ПЭМ не только высокого пространственного разрешения, но и большого объема данных для проведения статистической обработки. В настоящий момент, анализ фаз и ориентаций в ПЭМ является трудоемкой задачей, требующей вывода оси зоны для каждого зерна, потому что ручная идентификация для зерен в произвольной ориентации требует моделирования дифракционных картин для подтверждения результатов. Это приводит к тому, что статистика ограничивается несколькими зернами. В случае, если исследуемый материал является полифазным, то сложность задачи возрастает многократно. Поэтому для получения статистически достоверных результатов требуется автоматизированное программное обеспечение для определения фазы и ориентации зерен. Такие решения уже существуют в мире [1-2] и показывают хорошие результаты [3], однако в силу своей специфичности и дороговизны, они не получили широкого распространения в мире.

Целью данной работы является создание автоматизированного комплекса программ, выполняющих следующие задачи: получение большого массива дифракционных данных с ПЭМ, моделирование дифракционных картин с заданными параметрами образца и микроскопа с последующей расшифровкой полученных данных.

В настоящее время работа ведется в нескольких направлениях, а именно, в экспериментальной части происходит сбор тестовых дифракционных карт от различных материалов с известными структурами, а программная часть сосредоточена на моделировании дифракционных картин для последующей обработки полученных массивов данных.

Работа выполнена при поддержке НИЦ «Курчатовский институт» (приказ от 25.06.2019 №1359).

Список литературы:

- [1] J. Portillo, E.F. Rauch, S. Nicolopoulos et al., Materials Science Forum, 644, 1-7 (2010)
- [2] E.F. Rauch and M. Veron, Materials Characterization, 98, 1-9 (2014)
- [3] S. Nicolopoulos, P.P. Das, A.G. Perez, Scanning, 4870695 (2019)

Фотометрический анализ структурных изображений, полученных в условиях экспериментов *in situ*

Ермишкин В.А., Минина Н.А., Кулагин С.П., Томенко А.К.

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

minina1951@rambler.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.88.49.065

Развитие техники экспериментов *in situ* в электронной микроскопии дало в руки исследователей мощное средство для изучения механизмов и кинетики развития физических процессов в твердых телах, что позволило соединить воедино измерение реакции материалов на внешние воздействия различной физической или химической природы с прямыми синхронизированными с ними наблюдениями за эволюцией структуры поверхности в оптической и растровой электронной микроскопии или в объеме в случае просвечивающей электронной микроскопии. Таким образом, было достигнуто одновременное изучение физических явлений, развиваемых в твердых телах в реальном масштабе времени в плане количественной оценки их физических характеристик материалов и качественных наблюдений за их развитием на поверхности и в объеме в зависимости от прибора, на котором проводятся исследования с использованием техники экспериментов *in situ*. Целью нашей работы явилась объективизация качественных оптических наблюдений за развитием структурной эволюции материалов в условиях экспериментов *in situ* посредством компьютерного анализа структурных изображений материалов в функции времени. С этой целью в группе высоковольтной электронной микроскопии ИМЕТ РАН был разработан фотометрический анализатор структурных изображений (ФАСИ) в котором реализована схема дифференциального анализа двух изображений одного и того же фрагмента исследуемого объекта одно из которых служит эталоном, а другое объектом исследования. Оба изображения в оцифрованном виде вводятся в память компьютера, где над ним производятся преобразования по разработанному алгоритму. На первом этапе с обоих изображений снимаются спектры яркости отражения от них видимого света, полученные в одинаковых условиях. Эти спектры строятся в координатах спектральная плотность - интенсивность отражения. Далее над спектрами выполняются математические операции, позволяющие выявить условия появления качественных изменений в структуре материала и параметры внешнего воздействия, при которых они наступают. Соответствующие им интервалы интенсивностей отражения, выделяются различными цветами и их окраска переводится на изображения фрагментов, визуализируя распределения элементов структуры материала, которые дают вклад в интервалы интенсивности, выделенные соответствующими цветами.

Данные измерений площадей, окрашенных в определенные цвета, значения их спектральных плотностей, характеристики их размерных распределений в пространственных и временных координатах могут быть выведены в виде графиков или таблиц. Этим данным ставятся в соответствие параметры внешнего воздействия, и производится статистическая обработка обеих массивов полученной информации - физических характеристик исследуемого материала и соответствующих им параметров его структурного состояния. По результатам этой обработки находятся коэффициенты корреляции между ними. При значениях коэффициента корреляции выше 0,8 строятся графики, которые в графической форме раскрывают соответствующую между ними связь. Разработанный метод анализа был успешно применен для выражения взаимосвязи физических характеристик и параметров их структурного состояния при механических, температурных и электромагнитных воздействиях на целый ряд металлов и сплавов. Полученные результаты были доложены на соответствующих тематических конференциях и опубликованы в их трудах и отдельных статьях.

Исследование в РЭМ прострельных рентгеновских мишеней.

Гелевер В.Д.¹, Максимов А.Г.¹, Мишин В.В.²

¹РТ-Технолоджи, СПб

²СПГПУ, СПб

gelgan@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.36.69.066

В рентгеновских трубках наряду с отражательными массивными мишенями широко применяются прострельные рентгеновские мишени, которые представляют собой тонкие слои металла, нанесенные на вакуумноплотные подложки из Ве, Al и С. Разрешение в рентгеновских трубках определяется размером фокусного пятна, которое создается электронным пучком в мишени. При этом происходит уширение диаметра пучка за счет пробега электронов в материале мишени.

В нанофокусных разборных трубках используются наноразмерные электронные пучки. В основном в разборных трубках применяется проекционный режим, когда электронный пучок стоит в центре мишени и фокусировка пучка проводится по рентгеновскому изображению объектов на рентгеновских детекторах с большими временами регистрации. Обычно производители этих трубок экспериментально определяют зависимости тока фокусировки пучка от ускоряющего напряжения и закладывают в память управления блоков питания. При этом не гарантируется точная фокусировка пучка во всем диапазоне ускоряющих напряжений и при длительной эксплуатации. Фактически разборные трубки (РТ) по конструкции представляют собой упрощенные электронные микроскопы, где формируются электронные пучки менее 1мкм. В них для оптимизации параметров целесообразно применять сканирование электронного пучка по поверхности мишени с помощью отклоняющих систем, размещенных перед мишенью. При этом с помощью сцинтилляционных или полупроводниковых детекторов после мишени можно получать изображение поверхности мишени в прошедшем рентгене. В этом режиме можно точно и оперативно фокусировать электронный пучок на мишени магнитными линзами, а также контролировать состояние поверхности мишени при длительной эксплуатации.

В разборных трубках, где фокусировку пучка обеспечивают одна или две магнитные линзы, можно с разрешениями на уровне в несколько десятых микрона проводить в растровом режиме исследование поверхностей различных мишеней [1]. Так пленка вольфрама толщиной 5мкм на подложке Ве толщиной 150мкм состоит из кристаллов в несколько десятков микрон. При этом наблюдается много мелких структур (Рис.1). Структура вольфрамовой пленки толщиной 1мкм, нанесенная на бериллий толщиной 15-30мкм на том же оборудовании, имеет островковый характер (Рис.2). Разница в структуре, возможно, связана с тем, что в первом случае мишень подвергалась еще нагреву

в процессе впаивания подложки в держатель. Для получения предельных разрешений при ускоряющих напряжениях 10-25кВ оптимальной является толщина пленки 1-1,5мкм. Необходимо, используя растровое сканирование электронного пучка, оптимизировать напыление вольфрама на подложку, чтобы получить однородную поверхность мишени. В этом случае можно реализовать эффективный растровый режим рентгеновского микроскопа, когда рентген регистрируется детекторами с ограниченной входной апертурой.

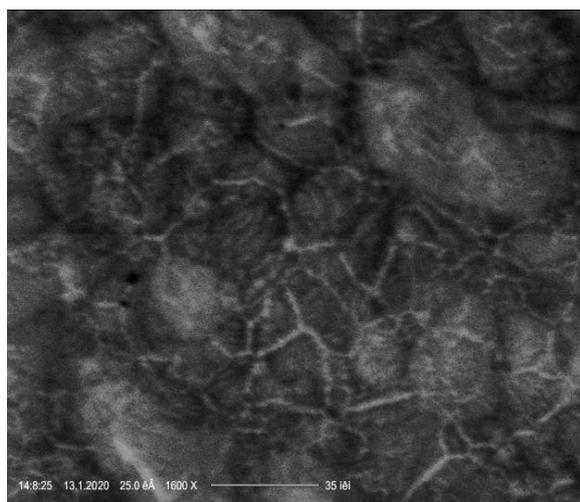


Рис.1 Пленка W -5 мкм

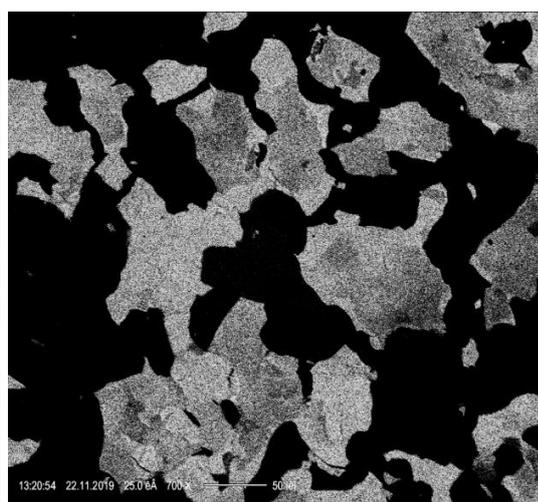


Рис. 2 Пленка W- 1мкм

Обычно оценку фокусного пятна проводят по рентгеновским изображениям специальных тест - объектов. В принципе по растровому изображению поверхности мишеней можно проще и довольно точно оценивать размер фокусного пятна по крутизне фронтов деталей на изображениях, как это делается в РЭМ. Как правило, на поверхности мишеней имеются частицы загрязнений или нарушения структуры пленок. В результате применения этих методик были оценены фокусные пятна на уровне до 0,1мкм. Для того, чтобы оптимально учесть влияние различных факторов на размер фокусного пятна, первоначальную настройку разборных трубок целесообразно проводить поэтапно. В начале, надо определить в различных режимах фокусирующей системы размеры первичного электронного зонда в просвечивающем режиме РЭМ по изображениям объектов типа сеток с известными размерами. Далее по рентгеновским изображениям поверхности мишени оптимизировать соотношение между размером первичного электронного пучка и уширением его в рентгене за счет пробега электронов в мишени.

В принципе исследования мишеней можно проводить и обычных РЭМ, если в вакууме на столиках сразу за мишенями разместить полупроводниковые детекторы рентгена и прошедших электронов. При этом одновременно можно получать изображения поверхности и во вторичных электронах. Для таких исследований подходит гибридный (электронно-рентгеновский) наноскоп [1], где в систему фокусирующих магнитных линз встроены детекторы электронов.

Поэтому можно получать информацию о структуре с различной глубины объектов. Это можно использовать и для неразрушающих исследований многослойных структур, например металлизаций в кристаллах микросхем. Было показано, что даже на кремниевых кристаллах толщиной до 0,5мм можно получать качественное изображение первых металлизаций на просвет, если рентгеновский детектор разместить сразу за объектом и регистрировать почти весь прошедший через кристалл рентген. Эффективность этого режима можно повысить, если утончить кристалл или подложку в случае исследования тонких многослойных структур.

Список литературы:

[1] В. Д. Гелевер*, Е. Ю. Усачев, А. А. Манушкин. Известия РАН. Серия физическая , 2016, том 80, № 12, с. 1634–1642.

3D реконструкция нанокомпозита на основе целлюлозы *Gluconacetobacter hansenii* с наночастицами Au методом кросс-корреляции изображений по данным СЭМ

**Шевцов А.В.¹, Архарова Н.А.², Орехов А.С.², Ключковская В.В.², Васильков А.Ю.³,
Громовых Т.И.¹, Луценко С.В.¹**

¹ *Первый Московский государственный медицинский университет имени И. М. Сеченова, Москва, Россия*

² *Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия*

³ *Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва, Россия*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.27.94.068

Бактериальная целлюлоза (БЦ) является перспективным органическим материалом для применения в различных сферах. За счет своей биосовместимости, нетоксичности, а также пористой структуры бактериальная целлюлоза является перспективной матрицей - носителем при составлении различных композитов для медицинских целей [1,2]. Актуальность структурных исследований композитов на основе БЦ для практических применений определяется прямой зависимостью их свойств и функциональных характеристик от структурных особенностей.

В настоящее время поиск и разработка методов анализа микро- и наноструктуры, получения 3D реконструкции полимерных систем представляет большой интерес. Одним из наиболее распространенных методов исследования трехмерной структуры биообъектов на данный момент является метод конфокальной микроскопии, который позволяет исследовать биологические образцы на разных глубинах без повреждения, что позволяет строить трехмерные модели исследуемых объектов. При этом выделение определенных фрагментов осуществляется с помощью флуоресценции, однако, в связи с ограничением по пространственному разрешению, нет возможности проводить локальный анализ с целью выявления в образце наночастиц металлов. Другим методом анализа образцов с высоким пространственным разрешением является растровая электронная микроскопия. Преимуществом этого метода является возможность одновременного получения изображений во вторичных и обратно рассеянных электронах, а также проведение элементного анализа как от макро областей (вплоть до мм), так и локально, от области вплоть до десятков нм. Однако, и у данного метода есть свои ограничения, связанные с проведением исследований в вакууме и требования к проводимости образца, что затруднительно для диэлектрических полимерных материалов.

В настоящей работе предложен метод послойного получения и анализа электронно-микроскопических изображений и данных энерго-дисперсионной спектроскопии в растровом электронном микроскопе при варьировании

ускоряющего напряжения от 3 до 30 кВ. Для компенсации заряда на образце, исследование проводили в режиме низкого вакуума.

Композит на основе БЦ с наночастицами золота получали методом биосинтеза при культивировании целлюлозосинтезирующего штамма *Gluconacetobacter hansenii* GH-1/2008 (ВКПМ В-10547) на питательной среде Хестрин-Шрамм, в которую вносили золь наночастиц золота с концентрацией 0.4 мг/мл. Культивирование продуцента проводили в течение 10 суток с перемешиванием в режиме 120 об/мин.

3D реконструкцию трехмерной модели осуществляли путем последовательной съемки образца при пошаговом изменении ускоряющего напряжения с одновременным анализом элементного состава методом ЭДС картирования наночастиц золота. Полученный набор данных морфологии и элементного анализа обрабатывали при помощи собственных разработанных алгоритмов, написанных на базе языка программирования Python. Анализ экспериментальных данных позволил провести оптимизацию предложенного метода для полученных композитных материалов и предложить трехмерную модель распределения наночастиц золота в целлюлозной матрице.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН (проект RFMEFI62119X0035).

[1].Esguerra M., Fink H., Laschke M.W., Jeppsson A., Delbro D., Gatenholm P., Menger M.D., Risberg B. // J. Biomedical Materials. 2010. Part 93A. P. 140–149.

[2].Patchan M.W., Chae J., Lee J.D., Calderon-Colon X., Maranchi J.P., McCally R.L., Schein O.D., Elisseeff J.H., Trexler M.M. // J. Biomaterials Applications, 2016. V. 30. № 7. P. 1049–1059.

Секция 2.

**Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной
сканирующей микроскопии в биологии и медицине**

Трёхмерная реконструкция оболочки веретена деления нейробластов на разных стадиях митоза *Drosophila melanogaster*

Сайдакова С.С.^{1,2}, Струнов А.А.³ Морозова К.Н.^{1,2}

¹Кафедра цитологии и генетики Новосибирского государственного университета

²Федеральный исследовательский центр Институт цитологии и генетики СО РАН

³Medical University of Vienna, Laboratory of Genome Dynamics

e-mail: custodian.of.midnight@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.86.31.052

В ходе деления нейробластов образуются различные типы нейронов, которые впоследствии управляют сложным поведением животных, а также клетки глии, поддерживающие нервную систему [1]. Деление нейробластов, как правило, асимметрично, и приводит к образованию большей клетки, которая перенимает функции нейробласта, и меньшей, которая в дальнейшем подвергается дифференцировке в нейроны или глию [2]. Нейробласты дрозофилы являются популярной моделью для изучения асимметричного деления стволовых клеток, и их митоз подробно описан на световом уровне [2]. Однако на настоящий момент нет ни одной работы, описывающей асимметричное деление нейробластов на ультраструктурном уровне. Подобные знания важны для изучения различных нарушений митоза клеток, в том числе и при исследовании механизмов опухолеобразования.

Цель работы – провести ультраструктурный анализ митоза нейробластов *Drosophila melanogaster* с акцентом на динамике внутриклеточных мембран (ЭПР и ядерной оболочки), и реконструировать их пространственное расположение в клетке. Для достижения цели по стандартному протоколу было зафиксировано 20 образцов центральной нервной системы дрозофилы на стадии личинки третьего возраста. Исследование деления нейробластов проводилось на срезах клеток мозга, выполненных алмазным ножом Diatome, с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL1400. Были собраны данные об ультраструктурном строении 150 клеток, находящихся на различных стадиях митоза. На основании детального анализа полученных снимков с использованием программы Reconstruct впервые предложена 3D-модель реорганизации оболочки веретена деления в нейробластах на стадиях метафазы, анафазы (срезы вдоль и поперек оси веретена) и телофазы. При создании моделей было изучено до 11 серийных снимков клетки на каждую стадию митоза.

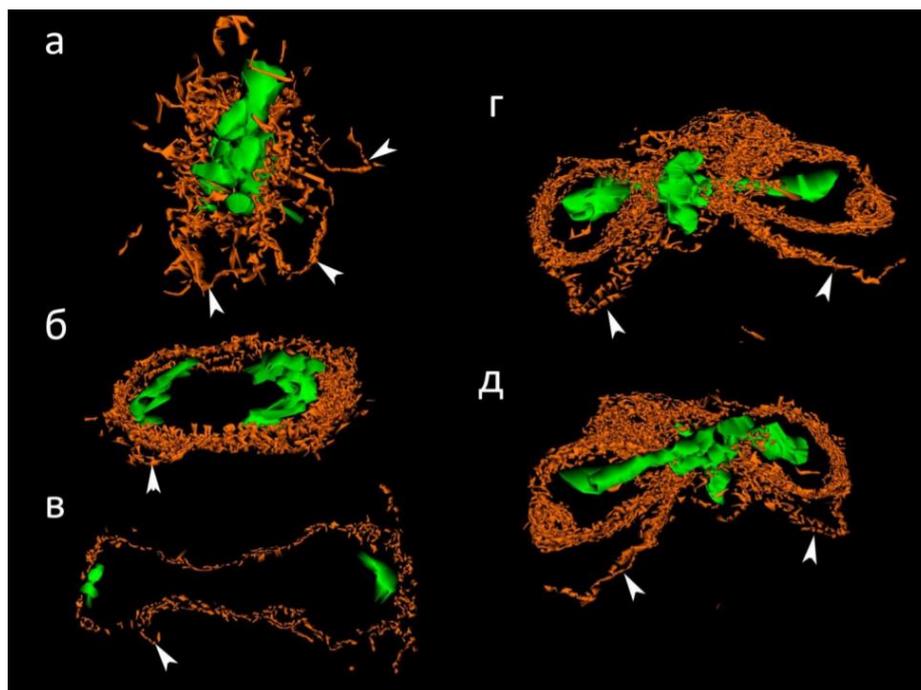


Рис.1. 3D-модель реорганизации оболочки веретена деления нейробластов на различных стадиях а), - метафаза, (б), (г), (д) – анафаза, (е) – телофаза. Зелёным обозначены хромосомы, оранжевым – мембраны. Белые стрелки указывают на выступающие участки оболочки веретена деления.

Установлено, что в асимметрично делящихся нейробластах личинки дрозофилы на стадии метафазы происходит формирование вокруг нуклеоплазмы двухслойной оболочки веретена деления, состоящей из коротких плоских мембран; затем в составе оболочки появляется дополнительный третий слой, и на стадии анафазы происходит неравномерное расхождение хромосом под тягой асимметричного веретена деления с последующим истончением оболочки. Дополнительно, на стадиях интерфазы, профазы и телофазы в цитоплазме некоторых нейробластов выявлены липидные капли, что может свидетельствовать о повышенной экспрессии *Drosophila fatty acid binding protein* [3].

Данная работа была поддержана финансовыми проектами № 0324-2019-0042-C-01 и № 2019-0546 (FSUS-2020-0040).

Список литературы:

- [1] Knoblich J.A. Asymmetric cell division during animal development // *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, №2(1), p. 11-20 (2001).
- [2] Homem C. C. F., Knoblich J. A. *Drosophila* neuroblasts: a model for stem cell biology // *Development*, №139(23), p. 4297-4310 (2012).
- [3] Kis V. et al. Specialized cortex glial cells accumulate lipid droplets in *Drosophila melanogaster* // *PloS one*, T. 10, №. 7 (2015).

Структурные особенности бактериофагов инфицирующих бактерии *Bacillus cereus sensu lato*

Рябова Н.А.¹, Шадрин А.М.²

¹ФГБУН Институт белка РАН

²ФГБУН ФИЦ Пуцинский научный центр биологических исследований РАН, Институт биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрабина РАН, Пуцино, Россия.

e-mail: ryabova@phys.protres.ru; andrey.shadrin@ibpm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.68.25.069

В 2007 году, бактериофаги впервые были одобрены национальным контролирующим органом США (Food and Drug Administration) для предотвращения размножения листерий в продуктах питания [1]. В настоящее время расширяется спектр препаратов на основе бактериофагов для консервирования продуктов питания и кормов животных [2]. Также бактериофаги применяются в качестве альтернативы или дополнения к традиционной антибиотикотерапии. Так, например, в 2019 году был описан случай успешного сдерживания инфекции вызванной *Mycobacterium abscessus* коктейлем из трех бактериофагов [3]. В России уже более десятка лет НПО «микроген» производит линию терапевтических антибактериальных препаратов на основе бактериофагов в количестве около одного миллиона доз в год (bacteriofag.ru).

В 2016 г., по причине аномально тёплой погоды, на полуострове Ямал произошла вспышка Сибирской язвы, смертельно опасного заболевания, вызываемого *Bacillus anthracis*. Бактерии вида *B. anthracis* относятся к группе близкородственных видов именуемой *Bacillus cereus sensu lato*. В настоящее время, помимо *B. anthracis* эта группа бактерий содержит около 30 видов [4], среди которых можно выделить наиболее известные: *B. thuringiensis*, широко используемый как биоинсектицид и *B. cereus sensu stricto*, почвенные бактерии способные вызывать сепсис, эндофтальмиты и пищевые отравления.

В данной работе мы описываем морфологическую характеристику частиц вирионов бактериофагов, заражающих бактерий группы *B. cereus sensu lato* выделенных из образцов почвы на территории европейской части Российской Федерации.

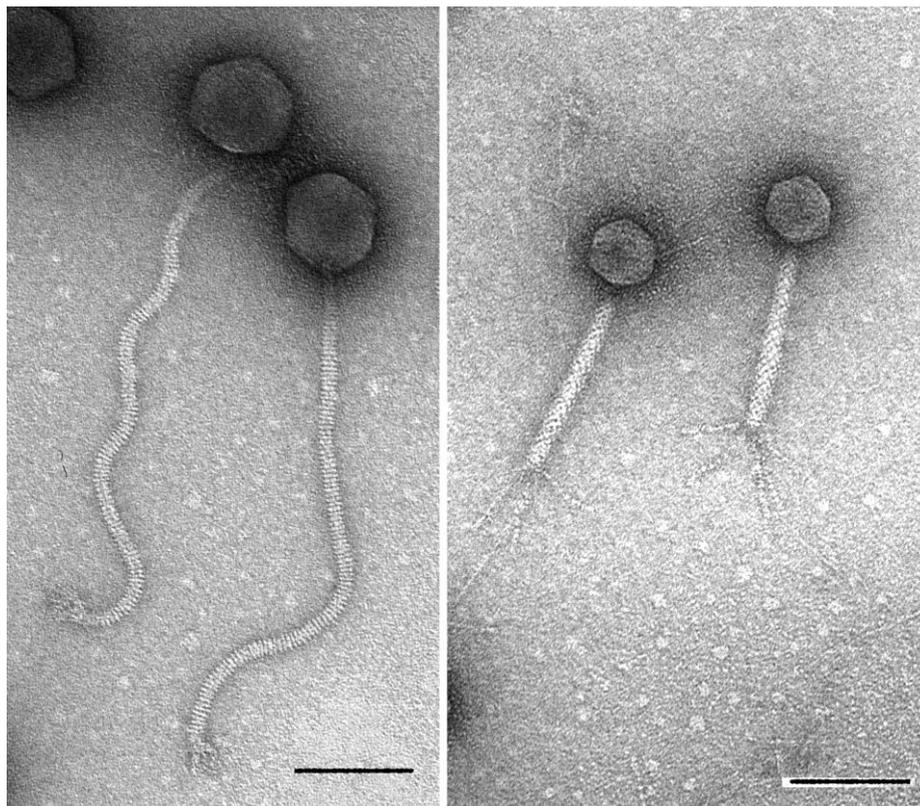


Рисунок. Результаты электронной микроскопии вирионов бактериофагов Kir1 (левая панель) и Sam112 (правая панель). Контрастирование выполнено с помощью 1% уранил ацетата. Размер масштабных полос составляет 100 нм.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-04-00300.

Список литературы:

- [1] Sulakvelidze A. Using lytic bacteriophages to eliminate or significantly reduce contamination of food by foodborne bacterial pathogens. *J Sci Food Agric.* 2013;93(13):3137–3146. doi:10.1002/jsfa.6222
- [2] Moye ZD, Woolston J, Sulakvelidze A. Bacteriophage Applications for Food Production and Processing. *Viruses.* 2018;10(4):205. Published 2018 Apr 19. doi:10.3390/v10040205
- [3] Dedrick RM, Guerrero-Bustamante CA, Garlena RA, et al. Engineered bacteriophages for treatment of a patient with a disseminated drug-resistant *Mycobacterium abscessus*. *Nat Med.* 2019;25(5):730–733. doi:10.1038/s41591-019-0437-z
- [4] Liu Y, Du J, Lai Q, et al. Proposal of nine novel species of the *Bacillus cereus* group [published correction appears in *Int J Syst Evol Microbiol.* 2018 Aug;68(8):2706]. *Int J Syst Evol Microbiol.* 2017;67(8):2499–2508. doi:10.1099/ijsem.0.001821.

Применение просвечивающей ЭМ для характеристики инактивированных вакцин против КЭ.

Самыгина В.Р.^{1,2}, Пичкур Е.Б.^{1,2}, Иванова А.Л.³, Егоров А.М.³, Ишмухаметов А.А.^{3,4},
Ворович М.Ф.^{3,4}.

¹ НИЦ “Курчатовский институт”, Москва, РФ

² Институт кристаллографии. А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН, Москва, РФ

³ ФГБНУ «Федеральный научный центр исследований и разработки иммунобиологических препаратов им. М.П. Чумакова РАН»

⁴ ФГАОУВО «Первый Московский государственный медицинский университет имени И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации

DOI: 10.37795/RCEM.2020.96.52.070

Клещевой вирусный энцефалит (КВЭ) – это тяжёлая нейроинфекция, возбудителем которой является вирус клещевого энцефалита (ВКЭ), входящий в группу переносимых клещами флавивирусов млекопитающих. Вирус КЭ входит в род *Flavivirus* семейства *Flaviviridae*, членами которого также являются вирус жёлтой лихорадки, вирус денге, вирус Зика, вирус Западного Нила и другие высокопатогенные для человека вирусы. Ареал вируса КЭ охватывает обширные пространства Евразии, включая ряд европейских стран, Российскую федерацию (РФ), Китай, Монголию и Японию. В настоящее время сохраняется высокая активность природных очагов КВЭ и расширение нозоареала инфекции. В РФ на территориях, эндемичных по КВЭ, проживает более 60 млн человек и ежегодно регистрируется 2000-3000 случаев заболевания.

Основным средством предотвращения заболеваемости КВЭ является профилактическая вакцинация. В настоящее время в мире применяются несколько коммерческих инактивированных вакцин против КЭ при производстве которых в качестве субстрата для репродукции вируса КЭ используют первичные культуры клеток. В тоже время ВОЗ рекомендует использовать в качестве сырья при производстве противовирусных вакцин перевиваемые культуры клеток, которые имеют целый ряд преимуществ - свободны от описанных и неизвестных посторонних вирусов-контаминантов, стабильны, позволяют использовать в технологическом процессе аттестованные стандартизованные банки клеток, что делает препараты, полученные по данной технологии более безопасными для человека. Одной из активно применяемых для производства вакцин перевиваемых линий клеток является линия клеток Vero, используемая в качестве субстрата при производстве живых и инактивированных полиовакцин, инактивированной антирабической вакцины, ротавирусных вакцин, а также для ряда разрабатываемых новых вакцин, например, при разработке вакцин против гриппа, лихорадки Чикунгунья, желтой лихорадки и др.

На основе использования линии клеток Vero для репродукции вируса КЭ в ФГБНУ «ФНЦИРИП им. М.П. Чумакова РАН» была разработана инактивированная цельновирионная вакцина Эвервак в которой в качестве активного компонента используются инактивированные вирионы штамма Софьин вируса КЭ.

Важнейшими показателями качества и эффективности инактивированных вакцин КЭ являются низкая реактогенность и высокая иммуногенность. Соответственно, разработка новых препаратов и оптимизация процессов производства вакцин КЭ направлена на получение высокоочищенных препаратов, содержащих зрелые вирионы вируса КЭ с максимальным сохранением их целостности, что обеспечивает полноценную презентацию В и Т-клеточных эпитопов поверхностного белка Е вириона в процессе поствакцинального иммунного ответа и, таким образом, обеспечивает эффективную защиту и длительный иммунитет против заболевания.

Для контроля качества вакцин КЭ в настоящее время применяют ряд физико-химических и биологических методов. Однако используемые методы не позволяют контролировать представленность вирусных частиц в вакцине, а именно, наличие зрелых, незрелых, неполных и разрушенных вирионов, а также чистоту вакцины в отношении содержания нецелевых высокомолекулярных компонентов (клеточные мембраны, агрегаты белков и др.), которые могут оказывать существенное влияние на реактогенные и иммуномодулирующие свойства вакцины КЭ.

В работе была проведена оценка качества препарата вакцины КЭ на основе линии клеток Vero, очищенной по различным протоколам. Образцы вакцины оценивались посредством методики негативного контрастирования просвечивающей электронной микроскопии. 3мкл образца наносили на углеродную сетку и контрастировали 1% уранил ацетата. Высушенные сетки исследовали под микроскопом Titan S\TEM (Thermo-Fisher) при 300кВ с использованием CCD детектора UltraScan 1000XP (Gatan). В результате было показано что вакцина на основе клеток Vero содержит больше зрелых вирионов, является более гомогенной, чем вакцина получаемая традиционным способом. Также были протестированы образцы вакцин полученных с использованием различных протоколов очистки.

Таким образом, применение просвечивающей электронной микроскопии для оценки вышеуказанных факторов для разработки и совершенствования вакцин КЭ позволяет существенно улучшить их иммуногенные свойства и снизить возможные побочные явления при вакцинации.

Работа поддержана грантом РФФИ 18-02-40026.

Сравнительный анализ минеральных включений в органах С3 и С4 растений на примере *Actinidia kolomikta* и *Amarantus L*

Мотылева С.М.¹, Козак Н.В.¹, Гинс М.С.², Кабашникова Л.Ф.³, Панищева Д.В.¹,
Мертвищева М.Е.¹, Тетянников Н.В.¹, Бачище Т.С.³, Пашкевич Л.В.³

¹ ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт садоводства и питомниководства»

² ФГБНУ «Федеральный центр овощеводства»

³ Государственное научное учреждение «Институт биофизики и клеточной инженерии
Национальной академии наук Беларуси»
e-mail: motyleva_svetlana@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.85.38.071

В клетках различных органов растений могут образовываться кристаллы – отложения минеральных веществ, имеющие различную химическую природу и различающиеся по форме. Синтез минеральных включений в органах растений имеет долгую эволюционную историю [1, 2]. Кристаллы оксалата кальция являются основным продуктом биоминерализации у высших растений. Однако, знания о формировании и возможной роли минеральных включений в органах растений остаются ограниченными.

Actinidia kolomikta – многолетнее растение с С3 типом фотосинтеза; и *Amarantus L.* - однолетнее растение С4 типа фотосинтеза. Сравнительные данные о биоминерализации растений С3 и С4 в литературе слабо освещены.

В этой работе мы сосредоточились на изучении и кристаллохимической характеристике микровключений оксалата кальция в проводящей системе актинидии и листьев амаранта методом растровой электронной микроскопии на аналитическом микроскопе JEOL JSM 6010 LA. В растениях актинидии были выявлены длинные кристаллы с гладкими краями, упакованные в специальные клетки (рис. 1).



Рис.1. Минеральные включения в растениях актинидии

Методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии в минеральных включениях растений актинидии определено содержание О, С и Са, что соответствует оксалату кальция (рис.2).

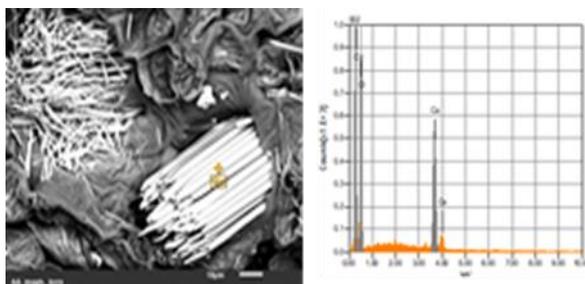


Рис.2. Химический состав минеральных включений в растениях актинидии

Минеральные включения в листьях амаранта имеют круглую, шиповатую форму и химический состав представлен О, С, Mg, P, K и Са (рис.3).

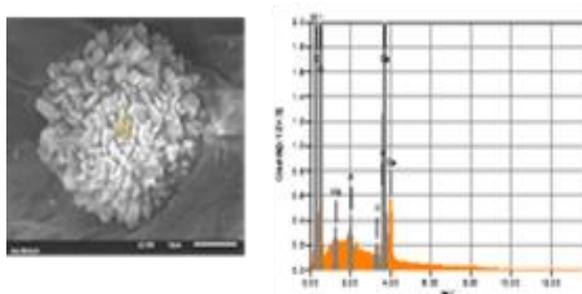


Рис.3. Форма и химический состав минеральных включений в листьях растений амаранта

Установлено, что форма и химический состав минеральных включений у растений С3 и С4 различен. Мы предполагаем, что кристаллы выполняют функцию поддержки растений и могут быть источником углерода в условиях стресса.

Комбинация SEM и EDX является удобным методом определения минеральных включений в поперечном сечении листьев *Amarantus L.* и в проводящей системе растений *Actinidia kolomikta*.

Список литературы:

- [1] Franceschi, V., Nakata, P., Annu Rev Plant Biol ,56, pp. 41–71 (2005).
- [2] Horner, H., B., Wagner, CRC Press, Boca Raton, FL, pp 53–72 (1995).

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и БРФБР в рамках научного проекта № 20-516-00012.

Крио-ЭМ структура 40S рибосомной субчастицы

Баймухаметов Т.Н.¹, Афонина Ж.А.², Василенко К.С.²

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»

²Институт белка Российской академии наук

e-mail: baymukhametov.timur@email.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.65.63.072

Крио-электронная микроскопия (крио-ЭМ) в настоящее время является важным источником новых структурных данных о рибосомных комплексах с разрешением, близким к разрешению рентгеновской кристаллографии, имея при этом ряд принципиальных преимуществ. В данной работе, являющейся частью исследования молекулярных механизмов инициации трансляции у эукариот, решена структура 40S рибосомной субчастицы с разрешением 4Å. Результаты работы послужат референсными для дальнейших исследований пре-инициаторных рибосомных комплексов.

Данная работа была поддержана грантом РФФ №19-74-20186 в части подготовки образцов для крио-ЭМ и РФФ № 18-41-06001 в части обработки данных крио-ЭМ.

Три морфологических типа амилоидных фибрилл карбоксиангидразы

Рябова Н.А.¹, Фахранурова Л.И.², Балобанов В.А.¹, Глухов А.С.¹, Марченков В.В.¹, Катина Н.С.¹

¹ФГБУН Институт белка РАН

² ФГБУН Институт теоретической и экспериментальной биофизики
e-mail: ryabova@phys.protres.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.79.50.073

Развитие ряда неизлечимых заболеваний человека является следствием образования амилоидов в органах и тканях. Амилоиды представляют собой фибриллярные белковые агрегаты, содержащие кросс- β -структуру. Недавно было показано, что выраженность амилоидных заболеваний определяется структурой фибрилл [1]. Однако вопрос о том, от каких именно структурных характеристик зависит степень повреждающего действия агрегатов на клетки остается недостаточно изученным. В связи с этим целью данной работы было исследование влияния аминокислотных замен карбоксиангидразы на структурные особенности и цитотоксическое действие амилоидов. Этот белок был выбран в качестве объекта для исследования, так как ранее было показано, что фибриллы карбоксиангидразы дикого типа способны снижать жизнеспособность эукариотических клеток [2].

В работе были получены три мутантные формы карбоксиангидразы: L139A и I208A, содержащие замены в амилоидогенных участках, а также белок L78A с заменой вне амилоидогенного участка. При выборе остатков для замен участки важные для амилоидной агрегации были определены с помощью алгоритма TANGO [3]. Кинетика амилоидообразования карбоксиангидразы дикого типа и ее мутантных форм была исследована методом тиофлавиновой флуоресценции, что позволило определить время процесса агрегации для каждого белка. После завершения амилоидообразования и выхода кинетических кривых на плато морфология фибрилл была охарактеризована с помощью метода электронной микроскопии, цитотоксичность амилоидов оценивали на линии фибробластов мыши.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что введение одиночных замен привело к значительным изменениям в морфологии образующихся амилоидных фибрилл карбоксиангидразы. Анализ фотографий электронной микроскопии позволяет выделить три морфологических типа амилоидов. Для белка дикого типа и мутантной формы L78A на фотографиях присутствуют два типа фибрилл: I тип - короткие извитые фибриллы шириной около 10 нм и длиной до 100 нм, II тип – протяженные фибриллы до нескольких мкм в длину и шириной примерно 15 нм (Рис.1). Белок с заменой L139A формирует только фибриллы II типа; карбоксиангидраза I208A образует как извитые фибриллы (I

тип), так и фибриллы до нескольких мкн длиной, состоящие из нескольких протофиламентов, объединенных в ленты (III тип) (Рис.1).

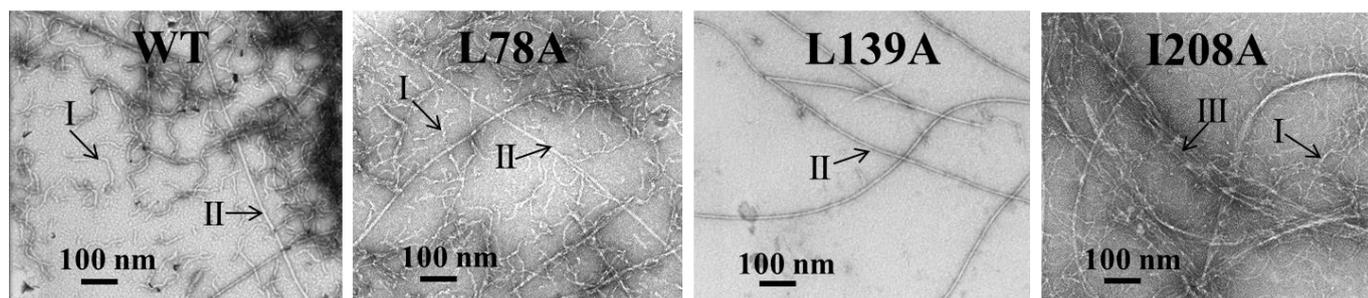


Рис.1.Электронные фотографии амилоидов карбоксиангидразы и ее мутантных форм. Римскими цифрами отмечен морфологический тип амилоидов.

Повреждающее действие агрегатов на клетки оценивали с помощью МТТ-теста. Полученные результаты свидетельствуют о том, что цитотоксическое действие агрегатов мутантных форм L78A и L139A близко к таковому для карбоксиангидразы дикого типа, тогда как амилоиды белка с заменой I208A не снижали достоверно жизнеспособность фибробластов по сравнению с контрольным значением клеток в среде. Повреждающее действие агрегатов на клетки объясняется тем, что гидрофобные группы, экспонированные на растворитель в структуре агрегата, взаимодействуют с клеточной мембраной, нарушая ее целостность [4]. Можно предположить, что в структуре фибриллярных лент, образуемых белком с заменой I208A, значительное количество остатков участвуют в формировании взаимодействий между протофиламентами, что делает невозможным их взаимодействие с клеточной мембраной.

Данная работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-34-00935 и с использованием оборудования Объединенного Пушчинского центра электронной микроскопии.

Список литературы:

- [1] М.М. Mocanu, C. Ganea, K. Siposova, A. Filippi, E. Demjen, J. Marek, Z. Bednarikova, A. Antosova, I. Baran, and Z. Gazova, *Int. J. Biol. Macromol.*, **65**, 176-187 (2014).
- [2] L. Fakhranurova, V. Balobanov, N. Ryabova, A. Glukhov, N. Ilyina, N. Markelova, V. Marchenkov, and N. Katina, *Biochem. Biophys. Res. Commun.*, in press (2020).
- [3] A.M. Fernandez-Escamilla, F. Rousseau, J. Schymkowitz, and L. Serrano, *Nat. Biotechnol.*, **22**, 1302-1306 (2004).
- [4] E. Evangelisti, R. Cascella, M. Becatti, G. Marrazza, C.M. Dobson, F. Chiti, M. Stefani, and C. Cecchi, *Sci. Rep.*, **6**, 32721 (2016).

Электронномикроскопическая характеристика симбионтов камер желудка *Bos taurus taurus*

Хацаева Р.М.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, Москва, Россия
e-mail: r.khatsaeva@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.59.59.074

Впервые с помощью методов сканирующей электронной микроскопии удалось показать видовое, морфологическое разнообразие и особенности локализации симбионтов камер желудка *Bos taurus taurus* [1, 2]. В качестве объектов настоящих исследований были выбраны камеры желудка взрослых *Bos taurus taurus*: рубец, сетка, книжка и сычуг. Изучение объектов исследования проводилось на СЭМ – Tescan Vega TS5130MM.

Электронномикроскопические исследования поверхности эпителия слизистой оболочки камер желудка *Bos taurus taurus* показали значительное видовое и морфологическое разнообразие симбионтов и характер их расположения. Кроме того, выявлена специфичность количества, размеров, форм, видового разнообразия симбионтов и их локализации во всех камерах. Больше количество и разнообразие форм симбионтов наблюдалось в преджелудках – рубце и сетке, меньше – в книжке, а в сычуге – истинном желудке, где переваривание корма происходит с помощью ферментов, их нет совсем, кроме единичных, еще не подвергшихся перевариванию [рис. 1]. Соотношение симбионтов разных форм, размеров и их локализация различны во всех камерах [рис. 1. а, б, в, г]. В рубце обнаружилось самое большое количество и разнообразие симбионтов, располагавшихся плотно и многослойно. Преобладали палочковидные формы бактерий: прямые с тупыми и заостренными концами, цилиндрические и бочковидные, с гладкой и бугристой поверхностью, с выростами и без, изогнутые, очень крупные, средние, мелкие, очень мелкие; кокки одиночные и двоянные, с гладкой и бугристой поверхностью, средние, мелкие и очень мелкие, расположенные одиночно и группами, некоторые группы соединены тонкими нитями [рис 1. а]. В сетке обнаружены такие же симбионты, как в рубце, но меньше слоев, меньше очень крупных палочковидных бактерий, больше средних, а также встречались длинные спиралевидные формы [рис 1. б]. В книжке картина другая – симбионты расположены очень плотно в один-два слоя одиночно, в основном средние, мелкие и очень мелкие палочки и кокки, нитчатых структур нет [рис 1. в]. В сычуге симбионты отсутствовали, на поверхности выводных протоков желез встречались единичные, не успевшие перевариться бактерии [рис 1. г].

Выявленные особенности видового разнообразия, морфологии и локализации симбионтов слизистой оболочки камер желудка *Bos taurus taurus*, видимо, обусловлены функциональной ролью камер.

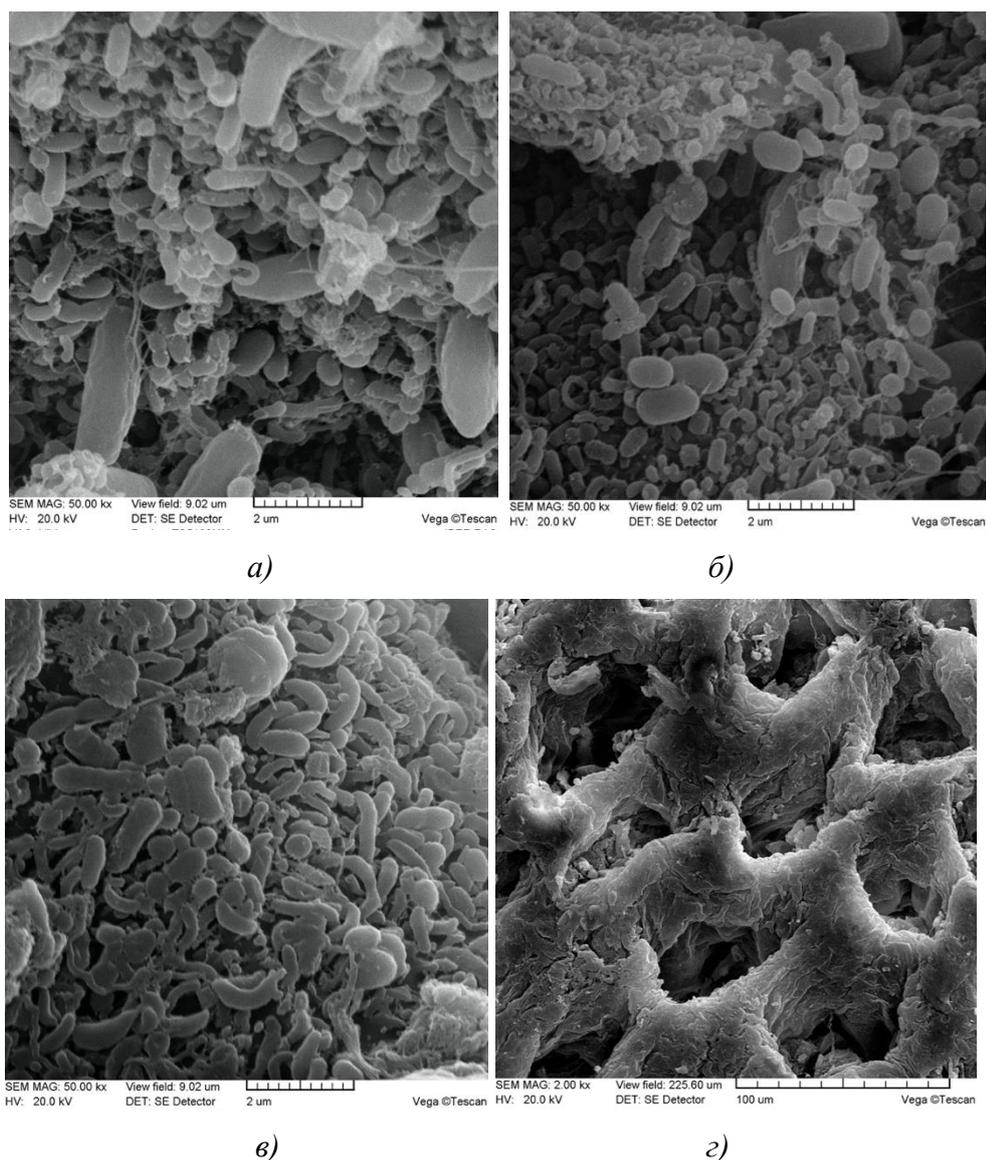


Рис.1. Разнообразие симбионтов в камерах желудка *Bos taurus taurus*.

а – рубец, *б* – сетка, *в* – книжка, *г* – сычуг

Автор выражает глубокую благодарность сотрудникам КЭМ ИПЭЭ РАН: Некрасову А.Н. и Неретиной А.Н. за неоценимую помощь в проведении исследований.

Список литературы:

- [1] Хацаева Р.М., *Морфофункциональные адаптации органов пищеварения полорогих (Bovidae)*, ТНИ КМК, Москва, 334 с. 2018.
- [2] Хацаева Р.М., Влияние особенностей содержания и питания на морфологию функциональных структур слизистой оболочки полости рта и симбиоценозы *bos taurus taurus*, *Науч.обозр., Биологические науки*, №1, С. 20-25. 2020.

Данная работа выполнена с помощью оборудования Центра коллективного пользования “Инструментальные методы в экологии” при ИПЭЭ им. А.Н. Северцова РАН.

Adaptive ultrastructural mechanisms of bacterial cells in conditions of microbial detoxification of polluted soils

Suzina N.E., Solyanikova I.P.

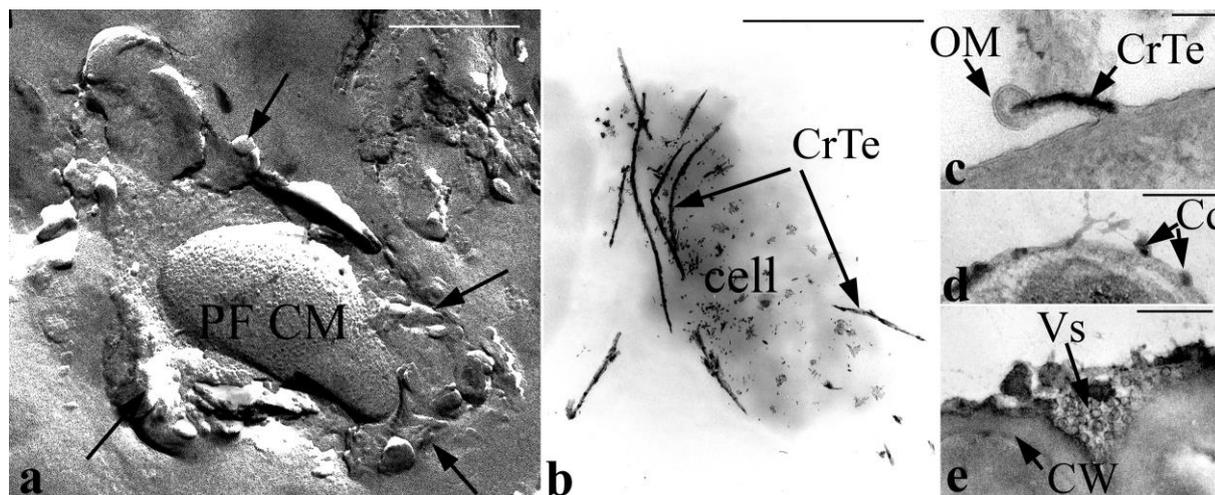
*Federal Research Center "Pushchino Scientific Center for Biological Research of the Russian Academy of Sciences" (FRC PSC BR RAS). G.K. Scriabin Institute of Biochemistry and Physiology of Microorganisms, Russian Academy of Sciences. Pushchino, Russian Federation
e-mail: innas@ibpm.pushchino.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.90.31.075

Detection, monitoring and coordination of various toxic compounds elimination of anthropogenic origin from natural sources, in particular from agricultural land, involves the use of a complex of microbiological approaches in combination with methods of cytological research of the cells state that make up a particular microbiome *in situ*. Knowing the features of ultrastructural adaptive rearrangements of cells in specific extreme conditions will optimize the process of cleaning land from various toxicants. The mechanisms of microbial soils detoxification are based on a combination of various processes, such as adsorption, absorption, biodegradation, hydrolysis and bio-transformation. To optimize these processes in specific conditions, it is necessary to have information about the organization of the microbial cells themselves (in particular, their surface and surface ultra-structures, which are directly in contact with toxic factors of an aggressive environment). This will allow us to understand how the microbial cell is able to not only carry out the mechanism of passive self-defense, but also can actively grow, change, and influence external toxic factors and even use them in its metabolism. The mechanism of passive self-defense is most likely implemented through the transition of cells to a resting cyst-like state. Such cells can be found in the total microbiome of any extreme biotope, in which they take a "waiting position to sit out and survive until better times" (Fig. 1A). At the same time, they support a vital system of antioxidant self-defense [1]. However, there are also cells in the population that are adapted to grow in toxic conditions. In this case, cells can build their metabolism and implement three strategies *in situ*: a) limiting the entry of toxic substances into the microbial cell; b) transformation of the toxicant inside the cell, followed by its transformation into a non-toxic compound and its withdrawal from the cell (Fig. 1b-e); c) extracellular degradation of the toxicant using exoenzymes. The latter two options are of the greatest interest for the application of microbiological purification of natural biotopes in biotechnology. Markers of the supposed "biotechnological utility" of a particular bacterial strain can be the ability to form vesicles, as well as the presence of S-layers on the cell surface.

Vesicles secreted into the external environment have high biological activity and can carry exoenzymes of biodegradation of toxic substances of various genesis. S-layers have a high adhesive capacity and can play an important role in the interaction of the microorganism with the substrate. In addition, S-layers can also be the site of localization of exoenzymes. Screening of promising (effective) model strains of

bacteria for biotechnological use can be performed based on the presence of these surface and exocellular ultrastructures using a complex of transmission electron microscopy methods (ultrathin sections, cryomethods, negative contrast analysis and total cell preparations in situ analysis using x-ray microanalysis). Design strategy microbial detoxification system affected soils is the enrichment of its effective model strains of microorganisms by incorporating into the natural microbiome with the subsequent microbiological, biochemical, cytological monitoring of the microbiome and chemical composition of the soil.



*Fig. 1. Transmission electron microscopy. (a) Freeze-fractured bacterial cell in a deep state of dormancy in situ from permafrost soil, 3-5 million years old. Bar = 0,2 μm ; (b) the total preparation of the bacterium cell from the genus *Pseudomonas* with crystals of reduced potassium tellurite on the surface. Bar = 1 μm (c, d) exocytosis type release of the tellurium crystal (c) and cadmium granules (d) from cells of gram-negative bacteria of the genus *Pseudomonas* with the participation of vesicles of the outer membranes. Bar = 0,1 μm (c) u 0,2 μm (d); (e) multiple vesicular formations on the surface of a gram-positive cell of the genus *Micrococcus* under growth in a medium with a high concentration of Tween 80. Bar = 0,2 μm .*

Designations: PF CM – the protoplasmic face of the fractured surface of the cytoplasmic membrane; the arrows in figure (a) indicate the organo-mineral cell's capsule; CrTe – reduced tellurium crystal; OM – outer membrane outer; Cd – cadmium granule; CW – cell wall; Vs – vesicles.

The reported study was funded by RFBR according to the research project № 19-54-80003

[1] N.E. Suzina, V.N. Polivtseva, A.P. Shorokhova, et al. *Microbiology*. Vol. 88. No. 2. pp. 183–190. 2019.

Initial characterization of the 80S *C. Albicans* ribosome by single particle cryogenic electron microscopy

Zgadzay Y.^{1,2}, Kolosova O.², Stetsenko A.³, Usachev K.¹, Validov Sh.¹, Rogachev A.⁴, Guskov A.^{3,4}, Yusupov M.^{1,2}

¹Laboratory of Structural Biology, Institute of Fundamental Medicine and Biology, Kazan Federal University, Kazan, Russia

²Department of Integrated Structural Biology, Institute of Genetics and Molecular and Cellular Biology, University of Strasbourg, Illkirch, France

³Groningen Biomolecular Sciences and Biotechnology Institute (GBB), University of Groningen, Groningen, the Netherlands

⁴Moscow Institute of Physics and Technology, Dolgoprudny, Russia

e-mail: yuzgad93@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.80.10.076

Candida albicans is an opportunistic pathogenic yeast that is a common member of the human gut flora. It does not proliferate outside the human body. It is detected in the gastrointestinal tract and mouth in 40-60% of healthy adults. It is usually a commensal organism, but it can become pathogenic in immunocompromised individuals under a variety of conditions. It is one of a few species of the *Candida* that causes the fungal infection called candidiasis in humans.

Currently there are several treatments available against fungal infections, including those caused by *C. albicans*. The most common targets are the cell wall, the plasma membrane, ergosterol or RNA/DNA biosynthesis pathways. Unfortunately, these medications show various side effects due to the similarities between human eukaryotic cells and *C. albicans* cells. Therefore, the search for the novel compounds and new targets is of the utmost importance.

In this research project we aim to resolve the three-dimensional structure of *C. albicans* ribosome by single particle cryogenic electron microscopy as a promising target for the development of novel antifungal agents.

Purification of 80S ribosome follows the protocol developed previously for *Saccharomyces cerevisiae* [1]. The strain SC5314 was used for growing cell culture. This cell line is the best characterized *C. albicans* strain isolated from a patient with a generalized infection [2]. We have optimized growing conditions and collected cells on early log phase. Purification procedure contained the following steps: cell lysis and two polyethylene glycol precipitations for isolation of ribosome-containing fraction. Further, ribosomes are purified by a 10-30% sucrose gradient. After collection of fractions ribosomes are precipitated by polyethylene glycol. Typically, 14-16 mg of pure ribosomes are obtained from 5.5 grams of cells.

The purified ribosomes were screened for the best vitrification conditions using Vitrobot Mark IV (Thermo Fischer Scientific), by varying the following parameters: sample concentration – 0.5 mg/ml to 2 mg/ml; blotting time 2-5 seconds and with the consequent check at Talos Arctica microscope (Thermo Fischer Scientific) equipped with K2 direct electron detector (Gatan). We collected a mini-dataset for the initial characterization, from which we obtained 15 Å reconstruction (Figure 1), showing that our approach is feasible to obtain the high-resolution structure of *C.albicans* ribosome.

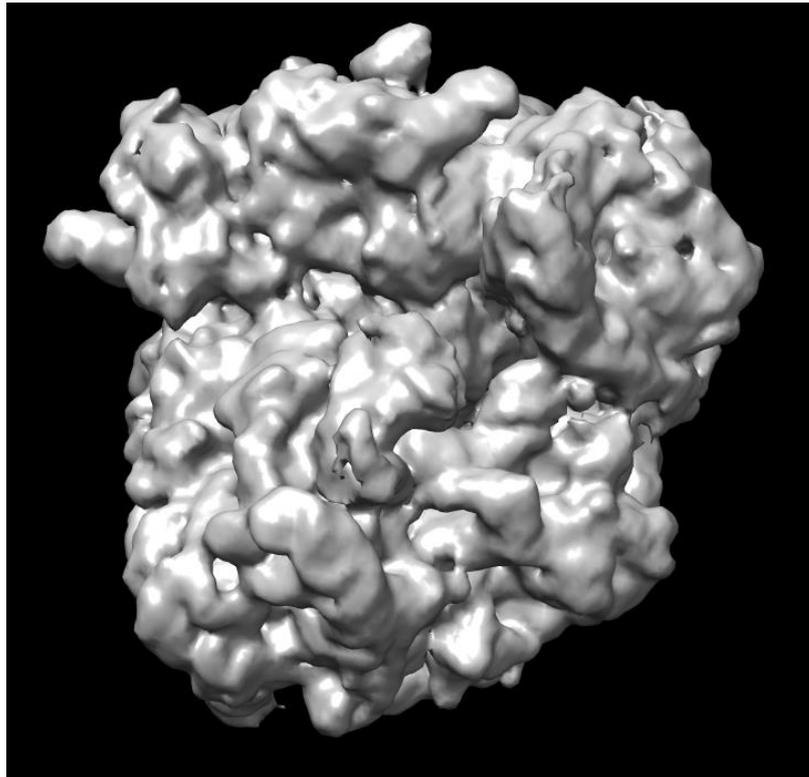


Fig. 1. “3D reconstruction of *C.albicans* ribosome from the test grid”

This work was supported by Russian Science Foundation grants 20-65-47031 and 20-64-47041.

References:

- [1] Ben-Shem A., et al., *Science*, **330(6008)**, 1203-1209 (2010).
- [2] David Bruchlen, *Candida albicans* ribosome: structure, function, and inhibition, Université de Strasbourg, Strasbourg (2016).

Возможности и перспективы для биомедицинских исследований в Санкт-Петербургском Государственном Университете

Борисов Я.Г. , Воробьёв М.Г.

*Санкт-Петербургский Государственный Университет
e-mail: vorobiev.maxim@spbu.ru, gis.ib88@gmail.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.81.24.077

Ресурсный Центр «Развитие молекулярных и клеточных технологий» является центром коллективного пользования и относится к Научному парку Санкт-Петербургского государственного университета. Центр нацелен на проведение научных исследований в области биологии и биомедицины. Уникальные аналитические инструменты и все виды рутинного оборудования для пробоподготовки позволяют решать сложные задачи в исследовании как фиксированных, так и живых биологических образцов. В Центре представлена конфокальная микроскопия, включая истинное конфокальное сканирование, микроскопию с использованием диска Нипкова и сверхразрешающую конфокальную микроскопию (STED-CW); широкопольная микроскопия; количественная FRET микроскопия в сочетании с FLIM и FCS. Электронная микроскопия представлена просвечивающими электронными микроскопами с возможностью работы с фиксированными, или замороженными образцами, а также проведения электронной томографии; сканирующими электронными микроскопами, позволяющими исследовать высушенные, или замороженные образцы в высоком вакууме, а так же живые образцы в низком вакууме, возможно проведение энергодисперсионного элементного анализа. Широко представлена пробоподготовка для световой, и электронной микроскопии, включая системы замораживания-скалывания, напыления, криопереноса, ультратомии и криоультратомии, замораживания на сетках, криозамещения и полимеризации блоков, микротомии и криомикротомии, автоматизированной гистологической проводки и заключения, а так же автоматизированной иммуногистохимии. Полученные данные могут быть проанализированы с помощью различных программных пакетов обработки изображений, позволяющих визуализировать изображения, проводить их анализ, морфометрию и деконволюцию, обработку временных серий и многоканальных изображений, 3D-визуализацию, и томографию.

Тонкая организация мышц у ювенилов *Notentera ivanovi* (Plathelminthes, Fecampiida)

Дробышева И.М.

Зоологический институт Российской академии наук
irina.droby@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.86.12.078

Notentera ivanovi Joffe e. a., 1997 – паразитическая турбеллярия из кишечника полихеты [1]. Полностью лишенная пищеварительной системы, эта турбеллярия представляет большой интерес как модельный объект для изучения путей становления паразитизма среди Plathelminthes. Электронно-микроскопическое исследование взрослых *N. ivanovi* акцентировало внимание на эпидермисе, половой системе и спермиогенезе [2, 3]. В представляемой работе даются предварительные результаты по ультраструктуре мышц ювенильной *N. ivanovi*, не отягченной гигантским непарным вителлариумом, заполняющим почти все тело у зрелого экземпляра [2].

Подкожная мускулатура ювенилов состоит из мышечных волокон, образующих в теле сложную сетчатую структуру. Непосредственно под базальной пластиной лежат кольцевые волокна, ниже расположены диагональные и продольные мышцы. Участки с тремя слоями мышц под базальной пластиной на срезах наблюдаются не регулярно. Все три слоя мышечных волокон были ярко продемонстрированы в исследовании взрослых особей *N. ivanovi* с помощью конфокального микроскопа [4].

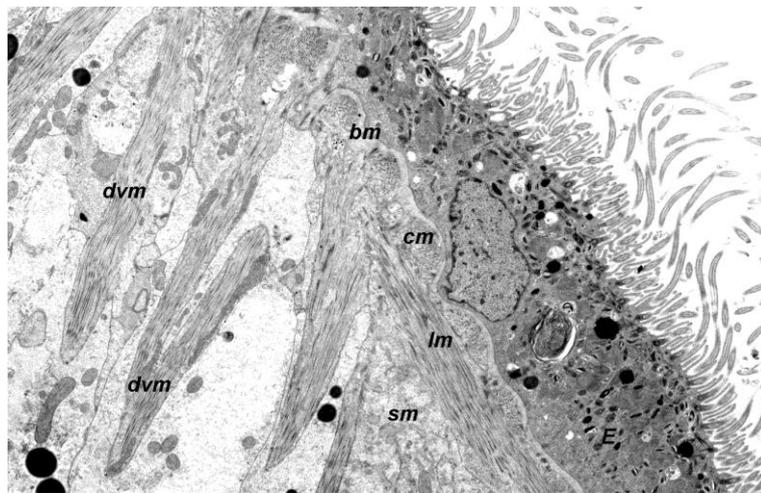


Рис. 1. Фрагмент вентрального эпидермиса (E) с подкожными и паренхимными мышцами. *bm* – базальная пластина, *cm* – кольцевые мышцы, *lm* – продольные мышцы, *dvm* – дорсовентральные мышцы, *sm* – саркоплазма миоцита,; масштаб 5 мкм

В промежутках между мышцами кожно-мускульного мешка к базальной пластине крепятся паренхимные мышцы, пронизывающие паренхиму в дорсовентральном направлении (рис. 1). Непрерывность этих паренхимных мышечных волокон прослеживается на срезах переднего и заднего концов тела, где дорсальная и вентральная стороны максимально сближаются. Подходя к покровам, дорсовентральные мышцы могут ветвиться (рис. 1).

Саркоплазматическая часть миоцита с ядром в основании клетки погружена в паренхиму и связана с подкожным мышечным волокном довольно обширным цитоплазматическим рукавом. В большом ядре с крупным ядрышком произвольно разбросаны мелкие блоки гетерохроматина.

Саркоплазма изобилует рибосомами, многочисленными митохондриями и короткими цистернами шероховатого эндоплазматического ретикулума (ШЕР). Вид митохондрий чрезвычайно разнообразен: многие напоминают растянутые гантели, изогнутые коромыслом, некоторые образуют кольца, соединяя свои вытянутые отростки или концы. Короткие цистерны ШЕР сильно вздуты, их контуры имеют неправильный округлый или вытянуто-овальный вид, а содержимое выглядит как однородный, тонковолокнистый материал низкой электронной плотности. Рутинные цистерны ШЕР и микротрубочки редки; имеется миниатюрный аппарат Гольджи. Многочисленны вакуоли с рыхлым, бледным содержимым, среди них попадаются и вакуоли с мембранным контентом. В узком слое саркоплазмы, окружающем мышечное волокно, наблюдаются преимущественно митохондрии.

Проведенное исследование впервые обнаружило дорсовентральные мышцы, ранее не отмеченные у взрослых экземпляров *N. ivanovi* [1, 4]. Характерны ли эти миофибриллы только для ювенильной стадии – предстоит выяснить в следующей работе. Эти данные важны для понимания морфогенезов мышечных элементов у плоских червей в индивидуальном развитии, а также для сравнительной морфологии паразитических турбеллярий *Rhabditophora* и представителей *Neodermata*.

Автор выражает глубокую благодарность Е.Е. Корнаковой за предоставленный материал а также П.А. Смирнову за техническую помощь. Работа выполнена на оборудовании научно-ресурсного центра «Таксон». (http://www.ckp-rf.ru/ckp/3038/?sphrase_id=8879024) при поддержке бюджетного финансирования (проект № АААА-А19-119020690076-7).

Список литературы:

- [1] Б.И. Иоффе, Р.В. Селиванова, Е.Е. Корнакова, *Паразитология*, **31**, 126-131 (1997).
- [2] В.И. Joffe, Е.Е. Kornakova, *Hydrobiologia*, **383**, 245-250 (1998).
- [3] Е.Е. Корнакова, А.В. Марченков, *Паразитология*, **34**, 515-521 (2000).
- [4] Е.А. Kotikova, О.И. Raikova, *ICIM 4 – International Congress on Invertebrate Morphology*, 18-23 August 2017, Moscow, Russia, 181 (2017).

Электронно-микроскопическое исследование эпидермиса ювенильной *Notentera ivanovi* (Plathelminthes, Fecampiida)

Дробышева И.М.

Зоологический институт Российской академии наук
irina.droby@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.50.99.070

Изучение паразитических турбеллярий представляет большой интерес для понимания эволюции морфогенезов внутри Plathelminthes и поиска предков облигатно-паразитических Neodermata. В данной работе исследуется тонкое строение эпидермиса ювенильной формы *Notentera ivanovi* Joffe e. a., 1997 (Fecampiida, Plathelminthes) из кишечника аннелиды для сравнительного анализа с ультраструктурой эпидермальных клеток взрослых половозрелых особей этого вида [1, 2], а также для выявления признаков цилиогенезиса на ранних стадиях постэмбрионального развития.

Однослойный, клеточный, мерцательный эпителий, покрывающий все тело, подстилается базальной пластиной из двух слоев: тонкого электронно-плотного под эпидермисом и более толстого, рыхло-фибриллярного со стороны паренхимы (рис.1).

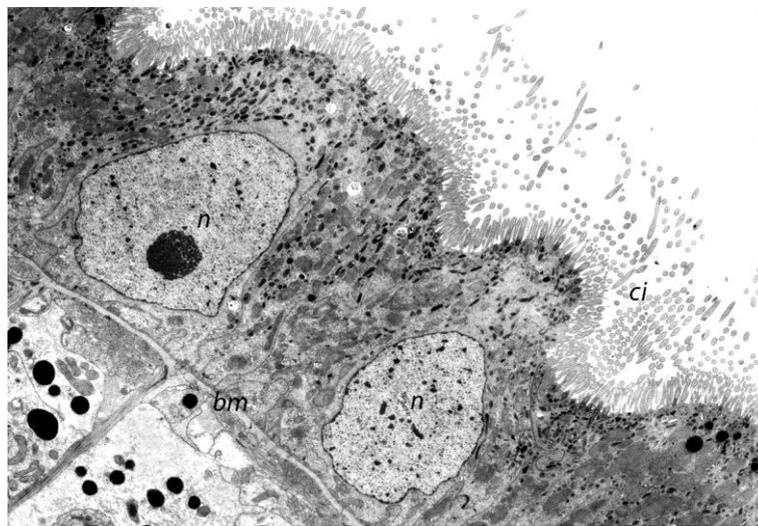


Рис.1. Фрагмент дорсального эпидермиса с прилегающей паренхимой.
bm – базальная пластина, *n* – ядро, *ci* – реснички; масштаб 10 мкм

В апикальной части эпидермальные клетки соединяются слабо выраженной *zonula adherens*, за которой следуют на значительном протяжении септированные контакты. Терминальная клеточная сеть не выявляется. К базальной пластине эпителиальный слой крепится с помощью полудесмосом.

Реснички и микровилли на поверхности клеток образуют густой покров (рис. 1). Каждая ресничка отходит от базального тельца с двумя корешками –

горизонтальным и вертикальным. Отчетливо поперечно-исчерченный горизонтальный корешок массивен и полый внутри. Вертикальный корешок крайне тонок, а поперечная исчерченность не всегда очевидна. Переходная зона между базальным тельцем и аксонемой довольно короткая.

В цитоплазме регулярно встречаются свободные центриоли, тогда как свободные базальные тельца (центриоль+корешки) – очень редки и наблюдаются только вблизи апикальной мембраны. Промежуточные структуры, характерные для ацентриолярного центриолегенеза [3, 4], не идентифицированы.

Цитоплазма отличается обилием крупных митохондрий и везикул варьирующего размера с необычным содержимым в виде стопки мембран, не строго параллельных друг к другу. Узкие цистерны диктиосом аппарата Гольджи отпочковывают от краев мелкие пузырьки с содержимым средней электронной плотности. Преемственность между этими пузырьками и вакуолями с мембранным содержимым не прослеживается.

Ядро с крупным ядрышком занимает в клетке центральное положение, либо находится ближе к базальной мембране. Гетерохроматин распределен по всему объему ядра мелкими блоками и тонким слоем подстилает ядерную оболочку.

Отличие ювенилов от созревающих и половозрелых форм состоит в отсутствии межклеточных полостей в основании эпидермиса, а также в полном наборе ресничных корешков как вентрально, так и дорсально, тогда как у взрослых вертикальные корешки не обнаружены в клетках спинной стороны [2].

Цилиогенезис выражен слабо – очевидно, что основная масса ресничек формируется на более ранней стадии онтогенеза. Появление свободных центриолей без предшествующих структур позволяет предполагать как центриолярный способ их формирования (учитывая единичные картины парного расположения центриолей), так и ацентриолярный путь *de novo*, при котором центры организации микротрубочек распределены в цитозоле диффузно и центриоли формируются молекулярными предшественниками, растворенными непосредственно в цитоплазме. Последний способ мультипликации центриолей доказан на молекулярном уровне для триклад [5].

Автор выражает глубокую благодарность Е.Е. Корнаковой за предоставленный материал а также П.А. Смирнову за техническую помощь. Работа выполнена на оборудовании научно-ресурсного центра «Таксон». (http://www.ckp-rf.ru/ckp/3038/?sphrase_id=8879024) при поддержке бюджетного финансирования (проект № АААА-А19-119020690076-7).

Список литературы:

- [1] В.И. Joffe, Е.Е. Kornakova, *Hydrobiologia*, **383**, 245-250 (1998).
- [2] Е.Е. Корнакова, А.В. Марченков, *Паразитология*, **34**, 515-521 (2000).
- [3] I.M. Drobysheva, *Belg. J. Zool.*, **140**, 127-131 (2010).
- [4] И.М. Дробышева, *Зоологический журнал*, **93**, 377-393 (2014).
- [5] J. Azimzadeh, C. Basquin, *Cilia*, 5:15 (2016).

Формирование биопленок и сорбция бактерий рода *Staphylococcus* на поверхности германия, модифицированного имплантацией ионами металлов

Евтюгин В.Г.¹, Рогов А.М.¹, Валеев В.Ф.², Нуждин В.И.², Степанов А.Л.²

¹Казанский Федеральный Университет, Междисциплинарный центр «Аналитическая микроскопия»

²КФТИ – обособленное структурное подразделение ФИЦ КазНЦ РАН, группа «Нанооптика и плазмоника»

e-mail: vevtugyn@gmail.com

DOI: 10.37795/RSEM.2020.40.99.079

Введение.

Основной формой существования бактерий в естественной среде обитания являются их специфические скопления и агрегаты – биопленки. Биопленки представляют собой особые структуры, образованные клетками микроорганизмов, погруженных во внеклеточный органический гетерогенный матрикс, прикрепленные к абиотическим и биотическим поверхностям различных материалов [1].

Биопленки различных микроорганизмов обнаруживаются на деталях промышленных станков, в трубах и каналах для сточных вод, на различных частях водных судов, в том числе, на предметах в ваннных комнатах и кухнях домов, лабораторных и медицинских инструментах и т.д. Серьезная проблема на практике, причиной которой являются биопленки, связана с коррозией поверхностей технических приборов, деталей транспортных средств и т.д. Из-за высокой адгезии обрастание биопленками промышленного оборудования, корпусов морских и речных судов, трубопроводов биопленками ведет к разрушению технических устройств и к понижению эксплуатационных свойств.

В работе поставлена задача методами сканирующей электронной микроскопии изучить возможность роста условно-патогенных бактерий, на примере *Staphylococcus aureus*, с образованием биопленок на поверхности пористого Ge (PGe), имплантированного ионами различных переходных металлов (Cr^+ и Ni^+), а также для определения противомикробных и адгезионных свойств подложек PGe.

Материалы и методы.

Наноструктурированные PGe подложки для проведения исследований по выращиванию пленок микроорганизмов были сформированы имплантацией полированных пластин монокристаллического *c*-Ge ионами переходных металлов Cr^+ и Ni^+ с энергией $E = 30$ кэВ, дозой облучения $D = 5 \cdot 10^{16}$ ион/см² и плотностью тока в ионном пучке $J = 5$ мкА/см² по методике подробно описанной в работе [9]. Исследование поверхности образцов и выращенных бактерий проводилось на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Merlin (Carl Zeiss), оборудованном приставкой для проведения элементного анализа (ЭДС)

X-Max (Oxford Instruments). Для проведения СЭМ и ЭДС анализа на поверхность подложки с бактериями наносился распылением проводящий Au/Pd слой (Quorum Q-150T ES) толщиной 10–15 нм.

Для изучения адгезионных свойств полученных подложек использовали типовой непатогенный штамм бактерий *Staphylococcus aureus* subsp. *aureus* (*S. aureus*) Rosenbach (ATCC 2592)

Результаты

В проведенных экспериментах показано, что бактерии *S. aureus* могут адгезировать на поверхностях модифицированных переходными металлами подложек PGe, образуя микроколонии из нескольких клеток, что свидетельствует о начальном этапе образования биопленок (Рис.1).

Адгезия клеток к образцу, модифицированному хромом была выше чем к образцу, модифицированному никелем. Также на всех подложках PGe присутствуют поврежденные клетки, что предположительно обусловлено токсическим влиянием ионов переходных металлов. Наибольшее число поврежденных клеток наблюдается для подложки Cr:PGe.

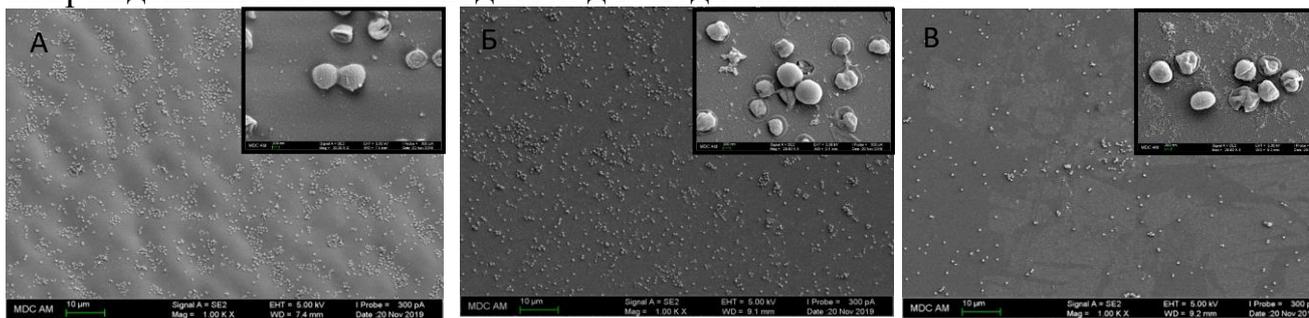


Рис.1 СЭМ-изображения популяции бактерий *S. aureus*, выращенные на поверхностях: (А) стеклянная Чашка Петри; (Б) подложка Cr:PGe и (В) подложка Ni:PGe.

Полученные результаты запускают серию экспериментов по подтверждению и выявлению возможностей подложек нового типа в сфере борьбы с проблемой инфицирования элементов медицинских приборов биопленками патогенных микроорганизмов.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ № 18-58-18001

Список литературы:

- [1] Webb J.S.Givskovy M.L., Kjelleberg S.: Current Opinion in Microbiology 6, 578–585 (2003)
- [2] Степанов А.Л., Нуждин В.И., Рогов А.М., Воробьев В.В.: Формирование слоев пористого кремния и германия с металлическими наночастицами. Казань: ФИЦ КазНЦ РАН 2019, 188 с.

Крио-ЭМ исследование комплекса внеклеточного домена никотинового ацетилхолинового рецептора $\alpha 7$ типа с токсином WTX

Царев А.В.¹, Шулепко М.А.¹, Кульбацкий Д.С.¹, Яблоков Е.², Чесноков Ю.⁴,
Камышинский Р.А.⁴, Шенкарев З.О.¹, Люкманова Е.Н.¹

¹Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова, Москва,
Россия

²Научно-исследовательский институт биомедицинской химии имени В. Н. Ореховича, Москва, Россия

³Национальный исследовательский центр Курчатовский институт, Москва, Россия
e-mail: ekaterina-lyukmanova@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.68.69.080

Никотиновые ацетилхолиновые рецепторы (nAChR) представляют собой лиганд-зависимые ионные каналы, которые широко представлены как в центральной и периферической нервной системе, так и в некоторых не-нейрональных тканях, включая эпителий и иммунные клетки. nAChR $\alpha 7$ типа, представляет собой гомопентамер, состоящий из одинаковых субъединиц и содержащий пять симметричных сайтов связывания лигандов (агонистов и антагонистов), которые располагаются во внеклеточном домене на интерфейсе между субъединицами. $\alpha 7$ -nAChR вовлечен в регуляцию когнитивных процессов и памяти, и является самым распространенным типом никотинового рецептора в мозге человека. Предполагается, что именно взаимодействие токсичных растворимых олигомерных форм β -амилоидного пептида с $\alpha 7$ -nAChR вызывает расстройство когнитивной функции при болезни Альцгеймера. В настоящее время $\alpha 7$ -nAChR рассматривается как перспективная мишень для лечения когнитивных расстройств, наблюдаемых при болезни Альцгеймера, шизофрении и депрессии [1].

В работе представлены результаты крио-ЭМ исследования комплекса химерного лиганд-связывающего внеклеточного домена $\alpha 7$ -nAChR с рекомбинантным аналогом «слабого» токсина (weak toxin, WTX) из яда кобры *Naja kaouthia*. WTX обладает сравнительно низким сродством к рецептору, что препятствует кристаллизации комплекса и исследованию его структуры методами кристаллографии. Пространственная структура WTX, полученная ранее методом ЯМР-спектроскопии, показала наличие β -структурного ядра в молекуле и трех подвижных петлевых участков [2]. Химера внеклеточного домена $\alpha 7$ -nAChR и водорастворимого ацетилхолин-связывающего белка [3] была получена в ходе экспрессии в клетках *Pichia pastoris*. Химерный белок

обладал повышенной стабильностью в растворе и демонстрировал характеристики связывания лиганда, близкие к характеристикам нативного рецептора.

Анализ крио-ЭМ-изображений отдельных белковых частиц выявил наличие пентамерной структуры, подтверждающей целостность субъединичной сборки. В результате была реконструирована трехмерная структура домена диаметром ~ 9 нм и высотой ~ 7 нм. Из-за преференционной ориентации частиц в слое льда на сетке разрешение реконструкции было не высоким (~5.6 Å). В реконструкции наблюдались дополнительные участки электронной плотности, соответствующие пяти молекулам WTX, которые взаимодействуют с классическими лиганд-связывающими сайтами рецептора. Вписывание известных пространственных структур внеклеточного домена и токсина WTX в полученную электронную плотность с помощью программ UCSF Chimera и DireX позволило установить топологию взаимодействия токсин-рецептор. Вторая петля токсина взаимодействует с С-петлёй рецептора, закрывающей вход в лиганд-связывающий сайт, в то время как третья петля WTX направлена в сторону предполагаемого интерфейса между внеклеточным доменом рецептора и мембраной. Полученные результаты открывают новые перспективы для структурных исследований комплексов nAChR с лигандами, избегающими кристаллизации.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 19-74-20163).

Список литературы:

- [1] Thomsen MS, et al. *Curr. Pharm. Des.* 2010; 16:323-343.
- [2] Lyukmanova EN, et al. *J Biol Chem.* 2015; 290:23616–23630.
- [3] Li SX, et al., *Nat Neurosci.* 2011; 14:1253-1259.

Электронно-микроскопическое исследование изменений морфологии микобактерий *M. tuberculosis* при обработке 5-замещенными аналогами пиримидин нуклеозида

Леонова О.Г.¹, Хандажинская А.Л.¹, Матюгина Е.С.¹, Александрова Л.А.¹, Кезин В.А.¹, Черноусова Л.Н.², Смирнова Т.Г.², Андреевская С.Н.², Кочетков С.Н.¹, Попенко В.И.¹

¹Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, ул.Вавилова 32, Москва 119991, Россия
²ФГБНУ ЦНИИ туберкулеза, Яузская аллея 2, Москва 107564, Россия

e-mail: popenko@imb.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.60.85.081

Резистентность к клинически значимым антибиотикам является одной из основных проблем терапии. Поэтому существует острая необходимость в разработке новых лекарств, которые могут поражать новые мишени и сохранять активность в отношении устойчивых штаммов смертельных патогенов. Новым классом соединений, активных в отношении микобактерий *M. tuberculosis* являются модифицированные нуклеозиды. Наилучшая активность (MIC₉₀ 1-10 мкг/мл) была обнаружена у производных 5-алкинил урацила, имеющих различную модификацию сахара [1]. Целью данной работы было электронномикроскопическое изучение морфологии бактериальных клеток *M. tuberculosis* H37Rv, обработанных четырьмя аналогами пиримидиновых нуклеозидов с различными заместителями в 5 положении основания (Рис.1а).

Контрольные клетки имели стандартную форму (палочки длиной 2,3-4,5 мкм и диаметром 270-550 нм) и были окружены трехслойной бактериальной стенкой толщиной ~ 14 нм. Показано, что рост клеток *M. tuberculosis* H37Rv эффективно ингибируется каждым из этих соединений (MIC₉₉ 10-20 мкг/мл). Этот процесс сопровождается накоплением в клетках включений в виде вакуолей, содержащих липиды. Появление липидных включений является характерной реакцией микобактерий, способствующей их выживанию в неблагоприятных условиях. В присутствии 5-производных урацила вакуолизация клеток сопровождается повреждениями клеточной стенки, выражающимися в нарушении трехслойной структуры клеточной стенки, появлении выростов и углублений в ней, а также частичным или полным разрушением клеток. Доля клеток с поврежденной или разрушенной клеточной стенкой составляла до 65%, а доля и вакуолизированных и поврежденных клеток - от 76% до 91% для разных использованных нами производных урацила.

Известно, что при обработке микобактерий изониазидом наблюдаются повреждения клеточной стенки, связанные с ингибированием синтеза миколиновой кислоты [2]. Однако морфология таких бактерий отличается от клеток H37Rv, обработанных нашими соединениями. Изменения структуры клеточной стенки были также описаны в штаммах микобактерий, в которых отсутствовали L, D транспептидазы 1,2 [3]. Хотя точный молекулярный

механизм действия 5-замещенных пириимидиновых нуклеозидов на клетки *M. tuberculosis* остается неизвестным, сходство морфологических изменений между клетками *M. tuberculosis* H37Rv, обработанными 5-замещенными пириимидиновыми нуклеозидами, и штаммами *M. tuberculosis* без L, D-транспептидаз позволяет предположить, что механизм действия 5-замещенных пириимидиновых нуклеозидов связан либо с их непосредственным взаимодействием с клеточными стенками бактерий, либо их взаимодействием с ферментами, участвующими в процессе формирования клеточной стенки.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ № 18-29-08010.

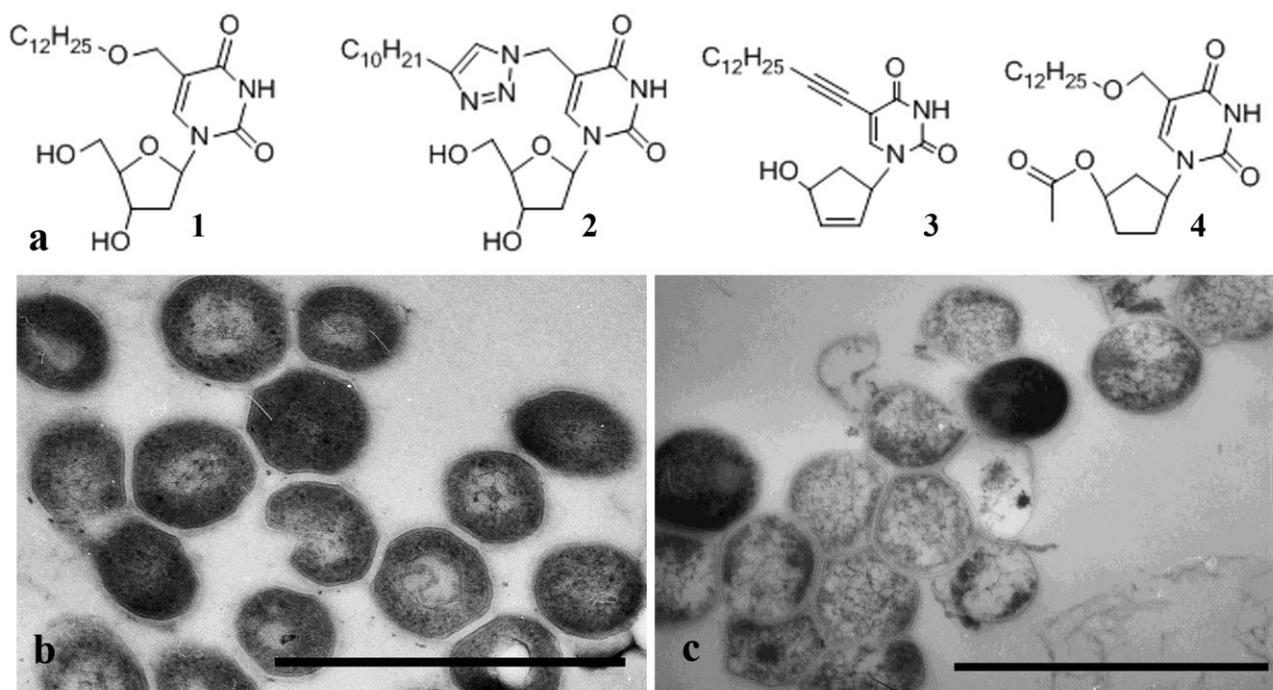


Рис.1. а–структура четырех производных урацила, замещенных по 5 основанию, эффективно ингибирующих рост *M. tuberculosis*; b,c – ультратонкие срезы контрольных и обработанных соединением со структурой 3 клеток *M. tuberculosis* H37Rv. Масштаб – 1мкм.

Список литературы:

- [1] A.L. Khandazhinskaya, L.A. Alexandrova, E.S. Matyugina, P.N. Solyev, O.V. Efremenkova, K.W. Buckheit, M. Wilkinson, R.W. Buckheit, L.N. Chernousova, T.G. Smirnova, S.N. Andreevskaya, O.G. Leonova, V.I. Popenko, S.N. Kochetkov, K.L. Seley-Radtke, *Molecules*, **23**, 3069 (2018).
- [2] T. Parumasivam, H.S.N. Kumar, S. Mohamad, P. Ibrahim, A. Sadikun, *Int. J. Pharmacy and Pharm. Sci.*, **5**, 43-50 (2013).
- [3] M.K. Schoonmaker, W.R. Bishai, G. Lamichhane, *J Bacteriol*, **196**, 1394-1402 (2014).

Способ определения чувствительности вирионов гриппа и вируса леса Семлики к кислым рН.

Манькин А.А., Жирнов О.П., Лисицын Ф.В., Клименко С.М.

ФГБУ «Федеральный научно-исследовательский центр эпидемиологии им. Н.Ф. Гамалеи» Минздрава
России, Москва.

e-mail: an_manykin@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.57.88.082

Для разработки новых противовирусных препаратов большое значение имеет изучение процесса заражения клетки. При внедрении вириона вируса гриппа в клетку-мишень он проходит стадию воздействия на него кислых рН (4-5). Эта стадия позволяет осуществить диссоциацию белка М1 и обеспечить внутриклеточный выход свободного вирусного РНП. Как было показано ранее [1] этот этап существенно важен для оптимального инфицирования клетки, поэтому чувствительность вирионов к кислым рН является косвенным показателем способности вируса эффективно заражать клетку. Кроме того предполагают, что вирусы гриппа А, В и С отличаются разной чувствительностью к кислым рН и соответственно разной вирулентностью.

Данное исследование посвящено сравнению чувствительности вирусов гриппа А, В и С и вируса леса Семлики (семейство Тогавирусы) к кислым рН. Было показано, что среди ортомиксовирусов наибольшей чувствительностью к кислым рН относятся вирусы типа «А» (род *Alphainfluenzavirus*). Несколько пониженной чувствительностью отличаются вирусы типа «В» (род *Betainfluenzavirus*) и наконец самой низкой чувствительностью к кислым рН относятся вирусы типа «С» (род *Gammmainfluenzavirus*). Чувствительность определялась по количеству предварительно обработанных в кислой среде вирионов с характерными «пузырями», образующимися на липидной мембране. Действительно, известно [1], что этот характерный признак является прямым следствием воздействия кислой среды на вирион и приводит к изменениям поверхностной оболочки вируса (см. рис 1). Сделана попытка проверить чувствительность некоторых оболочечных вирусов из семейства Тогавирусы (а именно вирусов леса Семлики) к кислым рН и было определено, что эти вирусы так же чувствительны к такому воздействию (см. рис. 2). Это говорит об общем характере этапов внедрения оболочечных вирусов и воздействии кислыми рН в ходе процесса заключения в эндосомы. В процессе работы выяснили, что при контрастировании чистых суспензий вируса гриппа или вируса леса Семлики 2% водным раствором ураниацетата непроизвольно образуются типичные вирионы с пузырьчатыми выступами липопротеидной оболочки. Мы считаем, что это связано с тем, что рН водного раствора уранилацетата при приготовлении контрастирующего раствора находится в пределах рН 4-5, поэтому и происходит

воздействие на вирион. Исходя из этого можно предложить простой метод проверки различных вирусов на чувствительность к кислым средам путем использования водного раствора уранилацетата.

1. Zhirnov, O.P., Manykin, A.A., Rossman, J.S., and Klenk, H.D. Intravirion cohesion of matrix protein M1 with ribonucleocapsid is a prerequisite of influenza virus infectivity *Virology*, 492, 187–196, 2016.

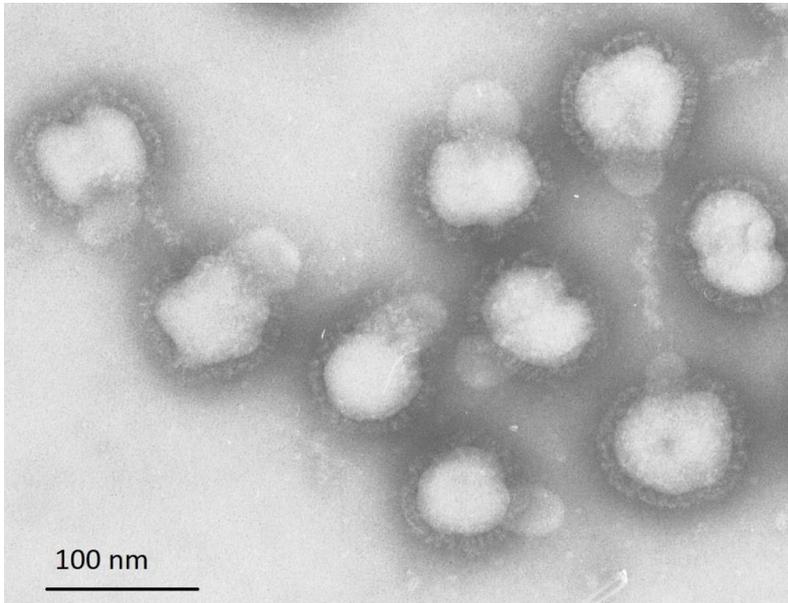


Рисунок 1. Негативное контрастирование суспензии вирионов гриппа А 2% водным раствором фосфорно-вольфрамовой кислоты (рН 7,0). Предварительно суспензия выдержана в течение короткого времени в растворе с рН 4,5.

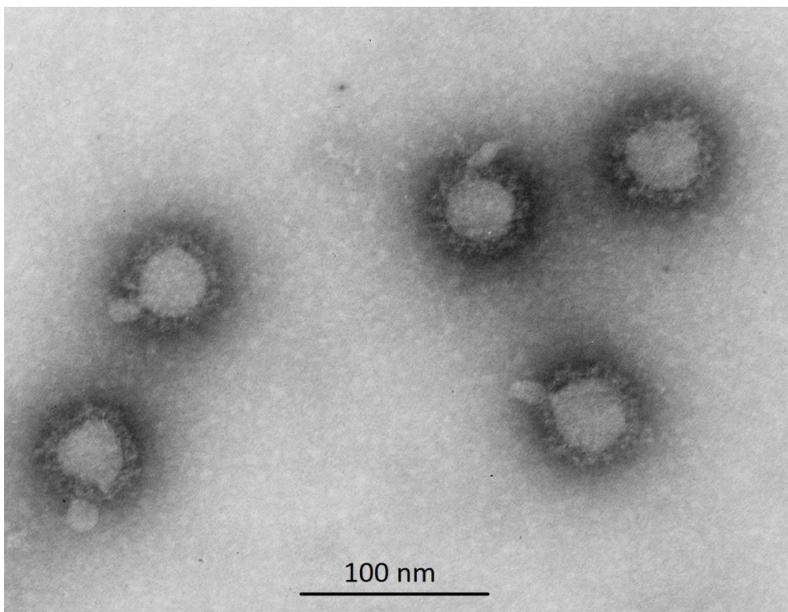


Рисунок 2 Негативное контрастирование суспензии вирионов вируса леса Семлики 2% водным раствором фосфорно-вольфрамовой кислоты (рН 7,0). Предварительно суспензия выдержана в течение короткого времени в растворе с рН 4,5.

Влияние ионов серебра на морфологию бактерий *E. coli* and *B. subtilis*

Павлова Е.Р., Графская Е.Н., Матвеева А.Г., Морозова О.В., Лазарев В.Н., Клинов Д.В.

ФГБУ ФНКЦ физико-химической медицины ФМБА России
e-mail: elizaveta.r.pavlova@phystech.edu

DOI: 10.37795/RCEM.2020.35.93.083

Антибактериальный эффект Ag^+ широко известен, потенциальный механизм его действия связывают со способностью Ag^+ взаимодействовать с белками, гликопротеинами и нуклеиновыми кислотами [1], [2]. Цель данной работы заключалась в оценке морфологических изменений бактерий *E. coli* и *B. subtilis*, инкубируемых с растворами $AgNO_3$.

Оценка жизнеспособности бактерий была проведена в течение 24х часовой инкубации в жидкой питательной среде Лурия-Бертани (LB) с добавлением $AgNO_3$ в различных концентрациях. Минимальная ингибирующая концентрация (МИК) Ag^+ для *E. coli* и *B. subtilis* составила 5 мкг/мл и 7 мкг/мл, соответственно. При инкубации бактерий с Ag^+ при концентрациях меньше МИК (но $> 0,2$ мкг/мл) наблюдалось подавление роста бактерий на время от 1,5 до 8 часов в зависимости от концентрации Ag^+ с последующим его возобновлением. Инкубация бактериальных штаммов с Ag^+ при концентрации ниже 0,2 мкг/мл на рост бактерий не влияла.

Исследование морфологии бактерий при инкубации с растворами нитрата серебра различных концентраций проводили с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Подготовка образцов бактерий для СЭМ включала фиксацию 2,5% глутаровым альдегидом, последовательную дегидратацию при возрастающих концентрациях этилового спирта и химическую сушку гексаметилдисилазаном [3]. СЭМ показала, что морфология бактерий, инкубируемых при концентрациях ниже МИК в течение 8 часов, не отличалась от контрольных клеток (рис.1). Инкубация (≥ 8 часов) при МИК приводила к нарушению характерной формы и образованию внеклеточных везикул. Метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии не выявил наличие наночастиц серебра в везикулах. При концентрациях Ag^+ выше МИК наблюдали нарушение целостности мембраны (рис.1).

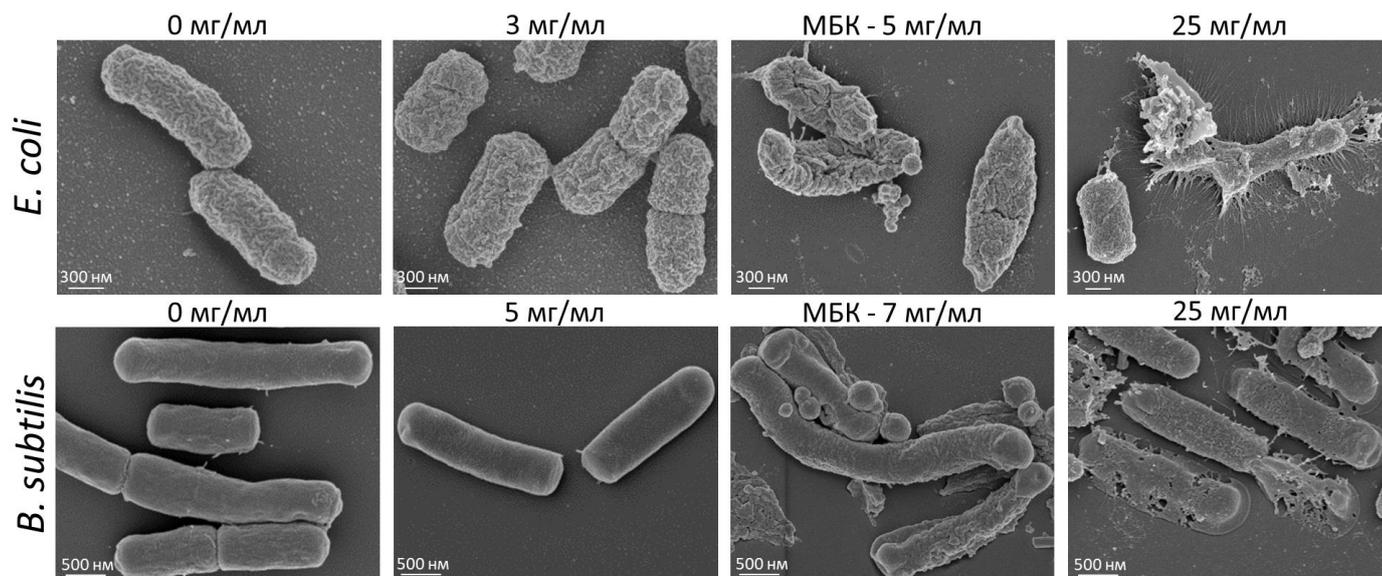


Рис.1. СЭМ изображения бактерий *E. coli* и *B. subtilis* после 8-ми часовой инкубации в растворах $AgNO_3$ с разной концентрацией Ag^+ .

Описанные морфологические особенности были характерны и для грамотрицательных бактерий *E. coli*, и для грамположительных *B. subtilis*.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (грант № 17-75-30064)

Список литературы:

- [1] K. J. Woo, C. K. Hye, W. K. Ki, S. Shin, H. K. So, and H. P. Yong, *Appl. Environ. Microbiol.*, 2008.
- [2] Y. Qing *et al.*, *International Journal of Nanomedicine*. 2018.
- [3] A. I. Sokolova, E. R. Pavlova, Y. V. Khramova, D. V. Klinov, K. V. Shaitan, and D. V. Bagrov, *Microsc. Res. Tech.*, pp. 2010–2015, 2019.

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

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

НИЦ Курчатовский Институт

e-mail: timpatsaev@mail.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.92.80.084

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

В работе исследованы полимерные матриксы из различных материалов 3 видов: из нетканого материала, губки и плёнки. На первом этапе изучались собственно матриксы, на втором и третьем – матриксы с клетками после их культивирования *in vitro* и *in vivo*.

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

Оказалось, что микроструктура матриксов зависит от типа полимера. Так, губчатые материалы характеризуются диаметром взаимосвязанных пор в диапазоне 150-200 мкм, в порах губок из поликапролактона формируются субмикронные волокна. Различается шероховатость поверхности волокон различных нетканых материалов и, собственно, диаметры волокон. Полученные гистограммы распределения диаметров волокон матриксов по размерам также показали значительные различия. Наименьшие различия обнаружены в плёнках.

После культивирования клеток в объёме нетканого материала отчетливо видны образования размерами от 15 мкм до 50 мкм, морфология которых близка к клеткам. Плотность распределения таких объектов достигает $\sim 1.5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$. На изображениях губок на основе сополимера полилактида и поликапролактона после засеивания клеточной культуры выявлена пористая структура образца, покрытая слоем, который может быть ассоциирован с внеклеточным матриксом. На наличие клеток на поверхности косвенно может указывать изменение морфологии поверхности губки. Однако, несмотря на положительные результаты оценки уровня экспрессии биологических маркеров адгезии и пролиферативной активности для этого типа матрикса (данные не представлены в этой работе), прямая визуализация клеток на поверхности губчатого материала

оказалась затруднительна, что может быть связано с их проникновением в более глубокие слои пор. Исследования плёнок на основе поли(L-)лактида методом РЭМ в режиме окружающей среды не позволило однозначно выявить фибробласты на поверхности образца. Можно отметить, что морфология поверхности плёнки изменилась, но размеры образований, которые можно было бы принять за клетки, не превышали 10-15 мкм, что значительно отличается от размеров наблюдаемых объектов на других типах матриксов.

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

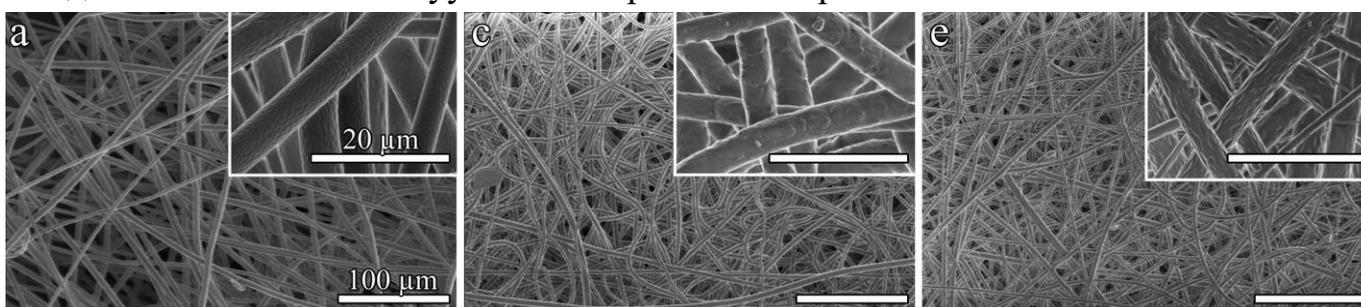


Рис.1. “Разная морфология нетканых материалов на основе поли-L-лактида(a), поликапролактона(b) и их сополимера(c).”

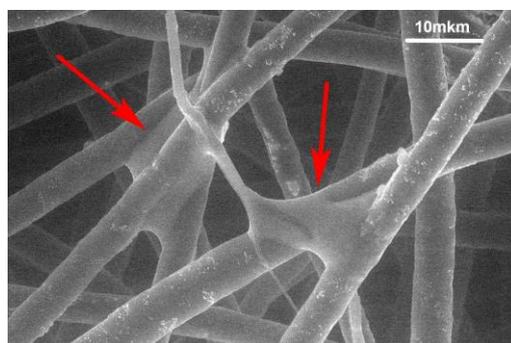


Рис.2. “Образования, морфология которых близка к клеткам.”

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

Список литературы:

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

Криоэлектронная томография и трехмерный анализ гидрозолей детонационных наноалмазов

Михуткин А.А.¹, Камышинский Р.А.^{1,2}, Кузнецов Н.М.¹, Чвалун С.Н.¹, Васильев А.Л.^{1,2}

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

²Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Москва

e-mail: alex.mikhutkin@gmail.com

DOI: 10.37795/RSEM.2020.70.11.085

Наноалмазы, полученные путем детонационного синтеза углеродсодержащих взрывчатых веществ, находят применение в биомедицине, разработке новых жидких теплоносителей и магнитных жидкостей. Поэтому изучение их реологических свойств в различных жидких средах имеет большое значение [1]. Недавно были обнаружены две реологические особенности гидрозолей детонационных наноалмазов (ДНА): резкое увеличение вязкости и фазовый золь-гель-переход при относительно низкой концентрации наполнителя [2]. Эти особенности были объяснены с использованием модели, основанной на формировании перколяционной сетки из цепочек ограненных частиц ДНА, связанных друг с другом за счет электростатического взаимодействия граней [3]. Пространственное трехмерное распределение, связность и агломерация частиц ДНА вместе с фрактальным анализом могут объяснить реологические свойства исследуемых гидрозолей.

Исследуемые образцы представляли собой гидрозолы дезагрегированных ДНА с положительным и отрицательным электрокинетическим ζ -потенциалом в диапазоне концентраций от 1 до 7 мас.%. Для трехмерного исследования гидрозолей ДНА в нано- и микромасштабах применяли метод криоэлектронной томографии на Titan Krios 60-300 TEM/STEM (FEI, США).

В результате были получены трехмерные модели ДНА с положительным (рис. 1b) и отрицательным (рис. 2b) ζ -потенциалом, и было выявлено трехмерное пространственное распределение ДНА [4]. Данные демонстрируют образование протяженных фрактальных структур и цепочек, образованных отдельными гранеными наноалмазными частицами. Для того чтобы оценить связность объектов, применяли процедуру скелетонизации. В случае ДНА с положительным ζ -потенциалом данные томографии демонстрируют формирование перколяционной сети даже при концентрации 1 мас.%. Однако при той же концентрации такая сеть не образуется в гидрозолях ДНА с отрицательным ζ -потенциалом. Это объясняет различия в реологическом поведении при низких концентрациях образцов с разными знаками ζ -потенциала. Были рассчитаны 2D и 3D размерности для массовых фракталов и фрактальных поверхностей. Фрактальные размерности, оцененные по криоэлектронной томографии, находятся в хорошей корреляции с результатами малоуглового рентгеновского рассеяния.

Результаты трехмерной реконструкции и анализа на основе данных криоэлектронной томографии позволяют объяснить наблюдаемые особенности реологического поведения, связанного с агрегацией ДНА и образованием цепей.

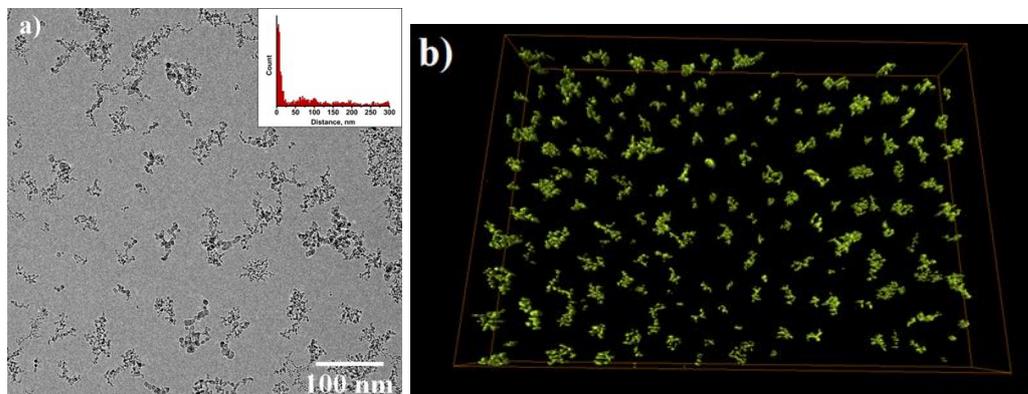


Рис.1. **a)** КриоПЭМ-изображение 1 мас.% гидрозоля ДНА с отрицательным ζ -потенциалом: на вставке показано распределение расстояний между частицами. **b)** Трехмерная модель по данным криоэлектронной томографии.

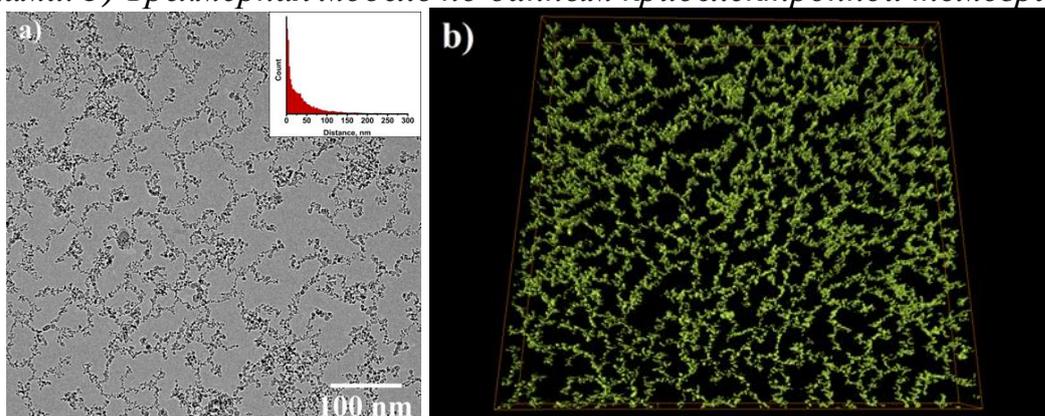


Рис.2. **a)** КриоПЭМ-изображение 1 мас.% гидрозоля ДНА с положительным ζ -потенциалом: на вставке показано распределение расстояний между частицами. **b)** Трехмерная модель по данным криоэлектронной томографии.

Гидрозоли ДНА любезно предоставлены проф. Вулем А.Я. и сотрудниками Лаборатории физики кластерных структур Института Иоффе. Работа частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований, проект 18-29-19117 мк.

Список литературы:

- [1] Shvidchenko A.V., Eidelman E.D., Vul' A.Ya. et. al., *Adv. Colloid Interface Sci.*, **268**, 64 (2019).
- [2] Vul' A.Ya., Eidelman E.D., Aleksenskiy A.E. et. al., *Carbon*, **114**, 242 (2017).
- [3] Kuznetsov N.M., Belousov S.I., Stolyarova D.Yu. et. al., *Diam. Relat. Mater*, **83**, 141 (2018).
- [4] Kuznetsov N.M., Belousov S.I., Bakirov A.V. et. al., *Carbon*, **161**, 486 (2020).

Использование просвечивающей электронной микроскопии для характеристики микрокристаллов растворимых белков

Бойкова А.С.^{1,2}, Дубова К.М.^{1,2}, Пичкур Е.Б.^{1,2}, Самыгина В.Р.^{1,2}.

¹ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, РФ

² Институт кристаллографии. А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН, Москва, РФ

DOI: 10.37795/RCEM.2020.87.27.086

Рентгеноструктурный анализ является самым широко используемым методом изучения пространственной структуры белков и ключом к пониманию деталей механизма их функционирования. Однако он, как правило, позволяет получить только статичную картину состояния активного центра макромолекулы. В последние несколько лет появление серийной времяразрешающей микрокристаллографии на синхротронах и рентгеновских лазерах на свободных электронах произвело революцию в области структурной биологии. Эта методика позволяет «увидеть» динамические изменения, происходящие в процессе работы белка в реальном времени. Однако каждый такой эксперимент уникален и это направление не является широко распространённым.

В экспериментах используются микрокристаллические суспензии, размер кристаллов варьируется от 1 до 10 мкн. Ввиду сложности экспериментов по серийной микрокристаллографии, необходима предварительная характеристика микрокристаллов, которые плохо различимы в оптическом микроскопе. Если кристаллы мембранных белков имеют микроразмер в силу своей природы, то при изучении растворимых белков, условия кристаллизации направленно меняют так, чтобы вырастить кристаллы меньше 10 мкн. Иногда такое изменение кристаллизационных условий может приводить к изменению симметрии и дифракционного качества кристаллов.

В работе рассматриваются подходы к получению микрокристаллических суспензий разных кристаллических форм лизоцима, возможности просвечивающей электронной микроскопии для их характеристики. Обсуждаются недостатки и преимущества использования методики негативного контрастирования, применение контрастирующих агентов имеющих различный рН, таких как уранил ацетат, аммоний молибдат, натриевая соль фосфовольфрамовой кислоты. В экспериментах использовался метод химических сшивок, придающих кристаллам стабильность. Обсуждаются преимущества использования криогенной просвечивающей микроскопии, а также возможность тестирования электронной дифракции, как показателя качества кристаллов.

Работа поддержана грантом РФФИ 19-29-12054.

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

Влияние на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания атома кремния в кристалле германия при ионизации его *L*- или *K*-оболочки

Боргардт Н.И., Зыков А.В., Рудич Н.В.

*Национальный исследовательский университет «МИЭТ»
e-mail: a.v.zykov@mail.ru*

DOI: 10.37795/RSEM.2020.57.48.001

Спектроскопия энергетических потерь быстрых электронов – один из аналитических методов просвечивающей электронной микроскопии. Метод основан на анализе интенсивности электронов, вступивших в различные неупругие взаимодействия с атомами образца. Для исследования конфигураций рассеивающих атомов в кристалле наибольший интерес представляют электроны, которые претерпели неупругое взаимодействие с их внутренней оболочкой, в результате которого атом ионизировался. Величина потери энергии, которую отдаёт быстрый электрон атому в этом взаимодействии – характерная особенность каждого атома [1]. В работе на основе теоретического моделирования фильтрованных по энергии микрофотографий исследуется влияние глубины залегания рассеивающего атома в кристалле.

Метод моделирования базируется на представлении волновой функции быстрого электрона в виде суперпозиции блоховских волновых пакетов как до неупругого рассеяния на электроне внутренней оболочки атома, так и после [2]. Неупругое взаимодействие быстрого электрона с атомом приводит к переходу одного электрона его внутренней оболочки из связанного состояния в состояние непрерывного спектра. Изменение состояния быстрого электрона в этом процессе описывается матричным элементом перехода атома [3]. При моделировании фильтрованных по энергии изображений в его расчёте использовались точные волновые функции, полученные при численном решении уравнения Шредингера для начального и конечного состояния возбуждаемого электрона изолированного атома.

Для изучения влияния на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания рассеивающего атома выполнено моделирование серии фильтрованных по энергии изображений кристалла германия фиксированной толщины, $t = 120$ нм, в котором в качестве примеси присутствует атом кремния. Расчёты выполнялись в тринадцатилучевом приближении для кристалла, который симметрично ориентирован относительно падающего пучка электронов с энергией 300 кэВ. Фильтрованные по энергии изображения формировались электронами прошедшего пучка, которые потеряли энергию 125 эВ при ионизации *L*-оболочки атома кремния или энергию 1840 эВ при ионизации *K*-оболочки. Для симметрично ориентированного кристалла и электронов прошедшего пучка распределение интенсивности на фильтрованном изображении имеет осесимметричный колоколообразный вид.

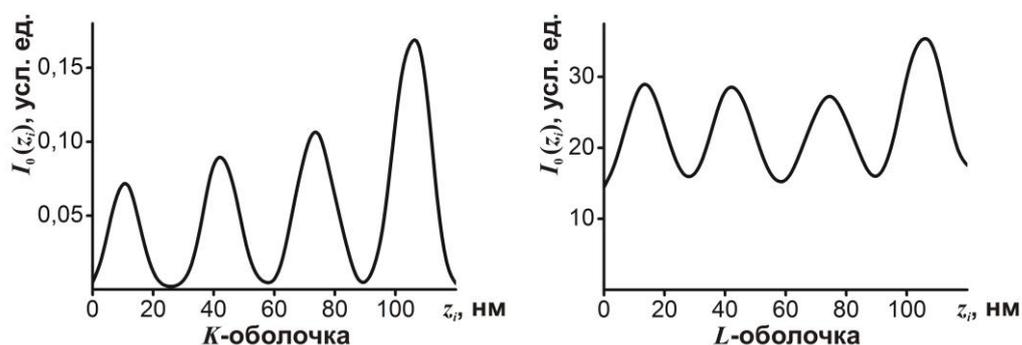


Рис. 1. Изменение интенсивности в центре фильтрованного по энергии изображения от разной глубины залегания z_i атома кремния в кристалле германия фиксированной толщины $t = 120$ нм при ионизации L - и K -оболочки

На рис. 1 показано изменение интенсивности в центре фильтрованного по энергии изображения от разной глубины залегания z_i атома кремния. Видно, что с увеличением глубины залегания интенсивность максимума изображения периодически меняется с переменной амплитудой. Для разных оболочек интенсивность максимальна или минимальна при одном значении z_i . Период колебаний коррелирует с экстинкционной длиной. Периодический характер зависимости интенсивности неупруго рассеянных электронов от z_i обусловлен тем, что по кристаллу они распространяются в виде совокупности прошедшей и дифрагированных волн как до, так и после неупругого взаимодействия. Динамическая дифракция этих волн сложным образом влияет на фильтрованные по энергии изображения. Также на рис. 1 видно, что интенсивность при ионизации L -оболочки в несколько раз выше, чем для K -оболочки.

В работе исследовалось влияние на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии, которая обусловлена ионизацией K - или L -оболочки атома кремния, от его глубины залегания в кристалле германия. Установлено, что изменение интенсивности на фильтрованных по энергии изображениях сложным образом зависит как от глубины залегания рассеивающего атома, так и от оставшегося расстояния до нижней поверхности кристалла.

Список литературы:

- [1] R.F.Egerton, *Electron energy-loss spectroscopy in the electron microscope*, Plenum Press, NY (1986).
- [2] Н.И. Боргардт, С.Ф. Крамар, *Изв. РАН. Сер. физическая*, Т. 61, N 10, С. 1877-1884 (1997).
- [3] M.P. Oxley, L.J. Allen, *Acta Cryst.*, V 57, N 6, P. 3273-3282 (1998).

Особенности структуры LaScO_3 , допированного стронцием

Жигалина О.М.¹, Хмеленин Д.Н.¹, Атанова А.В.¹, Ананьев М.В.², Фарленков А.С.²

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

² Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия

e-mail: atanova.a@crys.ras.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.79.98.002

Протонпроводящие оксиды обладают высокой ионной проводимостью в интервале температур 400–700 °С и потому вызывают особый прикладной интерес как протонные твердые электролиты для средне- и высокотемпературных электрохимических устройств, таких как топливные элементы, электролизеры, а также в газовые сенсоры. Среди них наиболее перспективными материалами являются протонпроводящие оксиды на основе LaScO_3 со структурой перовскита [1]. Эти оксиды демонстрируют высокую химическую стойкость в атмосфере молекулярного водорода и водяного пара [2], поскольку они не содержат элементов с переменными степенями окисления и не требуют высоких температур спекания (выше 1700 °С) [3]. Допирование систем на основе LaScO_3 позволяет создавать новые материалы с уникальными свойствами. Однако, исследования тонкой структуры таких материалов практически не изучено.

В связи с этим, в данной работе представлены результаты исследования микроструктуры оксида $\text{La}_{0.91}\text{Sr}_{0.09}\text{ScO}_{3-\delta}$ с помощью методов растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии. Для синтеза оксидов $\text{La}_{0.91}\text{Sr}_{0.09}\text{ScO}_{3-\delta}$ использовали метод соосаждения гидроксидов лантана и скандия с последующим введением добавок карбоната стронция.

Фазовый состав, зеренную структуру, кристаллические дефекты и локальную химическую неоднородность оксида $\text{La}_{0.91}\text{Sr}_{0.09}\text{ScO}_{3-\delta}$ изучали методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с помощью микроскопа FEI OSIRIS с ускоряющим напряжением 200 кВ. Подготовка образцов ПЭМ осуществлялась с использованием сфокусированного ионного пучка в микроскопе FEI Scios Dual Beam.

Показано, что оксиды $\text{La}_{0.91}\text{Sr}_{0.09}\text{ScO}_{3-\delta}$ являются однофазными и имеют ромбическую структуру (пр. гр. $Pnma$) (рис. 1). В исследованном образце четко выражена зеренная структура со средним размером зерен 1.5–2 мкм, при этом максимальный размер достигает 4 мкм, а минимальный – 100 нм. Форма крупных зерен близка к равновесной, встречаются классические равновесные 120-градусные тройные стыки, рис.1, а, в то же время форма мелких зерен неравновесная. Исследование особенностей структуры методами ПЭМ позволило локализовать дефекты, представленные в виде прямых или

произвольно изогнутых линий, которые располагались в объеме зерен (рис. 1, в). Установлено, что наблюдаемые дефекты являются границами π (антифазными) и/или δ типа [4], то есть наблюдается локальное упорядочение атомов в решетке перовскита. Наличие таких дефектов может способствовать интенсификации диффузии водорода.

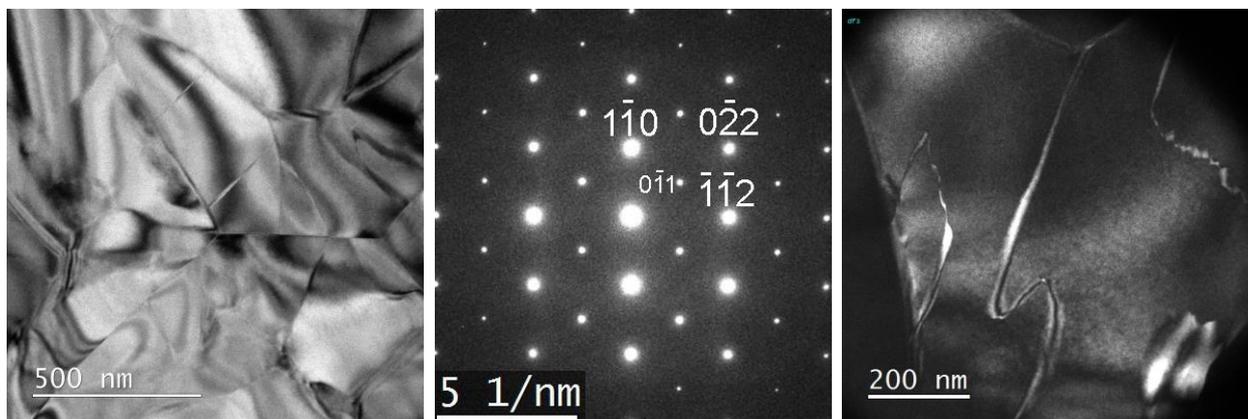


Рис.1. “Микроструктура оксида $La_{0.91}Sr_{0.09}ScO_{3-\delta}$: а – светлопольное ПЭМ изображение, белыми стрелками показаны границы зерен, темными – доменные границы; б – электронограмма; в – темнопольное ПЭМ-изображение доменной границы”

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части структурных исследований и гранта Российского научного фонда (Проект № 16-13-00053-П) в части синтеза образцов. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН при поддержке Минобрнауки.

- [1] Kinyanjui, F. G., Norberg, S. T., Knee, C. S., Ahmed, I., Hull, S., Buannic, L., ... & Eriksson, S. G., *Journal of Materials Chemistry A*, **4**(14), 5088-5101, (2016).
- [2] Vlasov, M. I., Zainullina, V. M., Korotin, M. A., Farlenkov, A. S., & Ananyev, M. V., *Physical Chemistry Chemical Physics*, **21**(15), 7989-7995, (2019).
- [3] Babilo, P., & Haile, S. M., *Journal of the American Ceramic Society*, **88**(9), 2362-2368, (2005).
- [4] B.Fultz, J. Howe, *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials* Heidelberg: Springer-Verlag, 2001.

Управление элементным составом пленок ЦТС, осаждаемых магнетронным распылением, путем варьирования давления аргона

Бешенков В.Г.¹, Знаменский А.Г.¹, Марченко В.А.¹, Некрасов А.Н.²

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

²Институт экспериментальной минералогии РАН, 142432 г. Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: besh@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.32.29.003

Высокие сегнетоэлектрические параметры соединений $\text{Pb}(\text{Ti}_x \text{Zr}_{1-x})\text{O}_3$ (цирконат титанат свинца — ЦТС, PZT) и возможность изготовления на их основе разнообразных датчиков, ячеек энергонезависимой памяти, опто- и механоэлектронных устройств потребовали разработки методов осаждения пленок ЦТС. Магнетронное распыление продолжает оставаться интенсивно изучаемым методом получения пленок сегнетоэлектриков.

Объектами исследования служили пленки ЦТС, осажженные ВЧ-магнетронным распылением керамической мишени состава $\text{Pb}_{1+x}(\text{Ti}_{0.48}\text{Zr}_{0.52})\text{O}_{3+x}$, где $x = 0.2$ при разных давлениях аргона без добавления кислорода. В качестве подложек были использованы пластины кремния. Осаждение пленок ЦТС проводилось при комнатной температуре (при этом происходил дополнительный разогрев подложки в плазме разряда до 120 °С). Полученные пленки не отжигались. Элементный состав пленок находился методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), реализованным на базе сканирующего микроскопа *TESCAN VEGA II XMU* (Tescan) с энергодисперсионным спектрометром *INCA Energy 450* (Oxford Instruments). Измерения спектров РСМА проводили при малой плотности тока электронного пучка (прямоугольный растр размером 100 мкм) и ускоряющем напряжении 20 кВ. Для нахождения элементного состава использовались серии линий характеристического рентгеновского излучения *Ti K*, *Zr L*, *Pb M*.

При исследовании радиальных распределений состава пленок ЦТС в плоскости, параллельной подложке, в ряде случаев были получены составы с содержанием свинца, заметно превышающим его содержание в распыляемой керамической мишени. Ранее нами рассчитывались матричные поправки на обратное рассеяние электронов и флуоресцентное возбуждение в переобогащенных свинцом пленках ЦТС на платине [1]. Было показано, что указанные поправки, взятые в их отношении для концентраций Ti/Zr и $\text{Pb}/(\text{Ti}+\text{Zr})$, не являются значимыми и не могут объяснить значительное обогащение свинцом пленок малой толщины. Наблюдаемые отклонения состава от ожидаемого соответствуют реальности.

На рисунке 1 представлены измеренные для пленок ЦТС значения отношений $\text{Pb}/(\text{Ti}+\text{Zr})$, характеризующие содержание элементов в атомных

процентах (указанное отношение обычно приводят в литературе). Составы пленок, полученных при высоких давлениях аргона, обогащены свинцом. Это явление может быть использовано как альтернатива изготовлению мишеней с повышенным содержанием свинца, что будет существенно менее затратно.

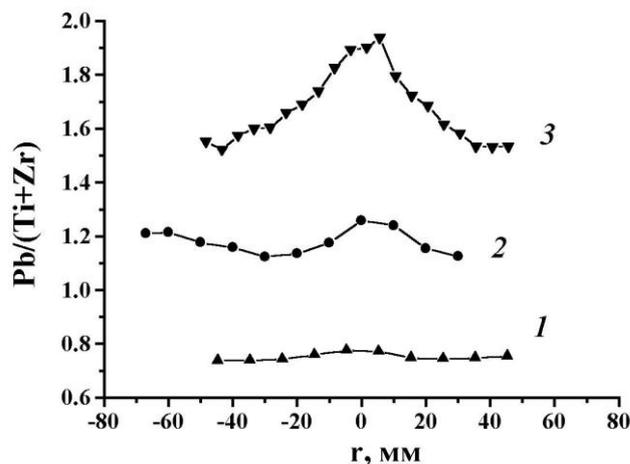


Рис.1. Соотношение атомных концентраций элементов $Pb/(Ti+Zr)$ при различных давлениях Ar: 1 - 4×10^{-3} , 2- 2×10^{-2} , 3 - 1×10^{-1} мбар.

Использование мишеней, искусственно переобогащенных свинцом, и контроль состава пленок ЦТС перед отжигом методом РСМА связаны с потерями свинца в процессе высокотемпературной кристаллизации перовскитовой фазы: вследствие высокой летучести паров оксида свинца часть объема пленки может занимать паразитная низкотемпературная фаза пирохлора, которая не обладает сегнетоэлектрическими свойствами. Отклонение состава пленок от состава мишени может быть обусловлено следующими факторами: рассеянием распыленных частиц при их транспорте от мишени к подложке; перераспылением пленки энергичными частицами плазмы (в том числе отраженным от мишени аргоном); прилипанием различных составляющих распыленного потока к поверхности пленки. Описание зависимости содержания различных компонентов пленки с ростом ее толщины, проведенное на примере свинца в работе [1], включало конкурирующие механизмы. В настоящей работе в дополнение к этим механизмам рассматривается зависимость скорости поступления частиц на поверхность от давления аргона и преимущественное распыление (перераспыление) оксида свинца в растущей пленке энергичными ионами кислорода.

Работа выполнена в рамках государственного задания № 075-00475-19-00.

[1] В.Г. Бешенков, А.Г. Знаменский, В.А. Марченко, А.Н. Некрасов, *Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.*, № 10, 60 (2019)

Dynamical scattering simulation and electron backscatter diffraction application for orientation mapping of ferroelectric domains

Chezganov D.S., Lysakov M.N., Pashina E.A., Linker E.A.

*School of Natural Sciences and Mathematics, Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia
e-mail: chezganov.dmitry@urfu.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.55.21.004

The contribution of ferroelectric domains is important to the large permittivity and piezoelectricity in many ferroelectric materials [1]. Significant work has been carried out for understanding domain structure configurations [2]. Orientation mapping brings crucial information to study the relationship between microstructure and properties in crystalline materials. There are several techniques for domain structure imaging. The most common are optical microscopy, piezoresponse force, selective chemical etching accompanied by scanning electron microscopy and atomic force microscopy. These techniques have a number of drawbacks such as parasitic artificial contrast, destructiveness, difficulty to define the orientation of domains in ceramic materials or even in multiaxial single crystals. One of the most promising techniques allowing to overcome mentioned above drawbacks is electron backscattered diffraction (EBSD). A number of papers were devoted to domain characterization by EBSD method and 90° domains have been thoroughly investigated in bulk ferroelectrics while the determination of full domain patterns including 180° domains remains challenging. In this work, we have applied EBSD and dynamical scattering simulations for orientation mapping of domains in several ferroelectric crystals and ceramics.

We have studied uniaxial periodically poled LiNbO_3 single crystal with 180° domains and multiaxial $\text{Pb}(\text{Mn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ (PMN-PT) tetragonal ferroelectric single crystal. EBSD experiments were performed in a field-emission Carl Zeiss Dual-Beam SEM/FIB Auriga Crossbeam workstation operated at 20 kV with an electron probe current of 6 nA and equipped with Oxford Instrument Channel 5 EBSD system with Nordlys F+ detector. The EMsoft software was used to simulate dynamical EBSD patterns. The dynamical scattering simulation and dictionary indexing approach based on a dot product metric [3] were applied for domain orientation mapping.

We have demonstrated that the intrinsic intensity variations in experimental EBSD patterns resulting from dynamical scattering can be used to distinguish all kinds of domains namely c - and a -domains in ferroelectric materials s (Fig. 1). Moreover, the dictionary indexing approach with dynamical EBSD patterns allowed us to significantly improve orientation map quality in part of filling zero solutions and misindexing solving up to 100%.

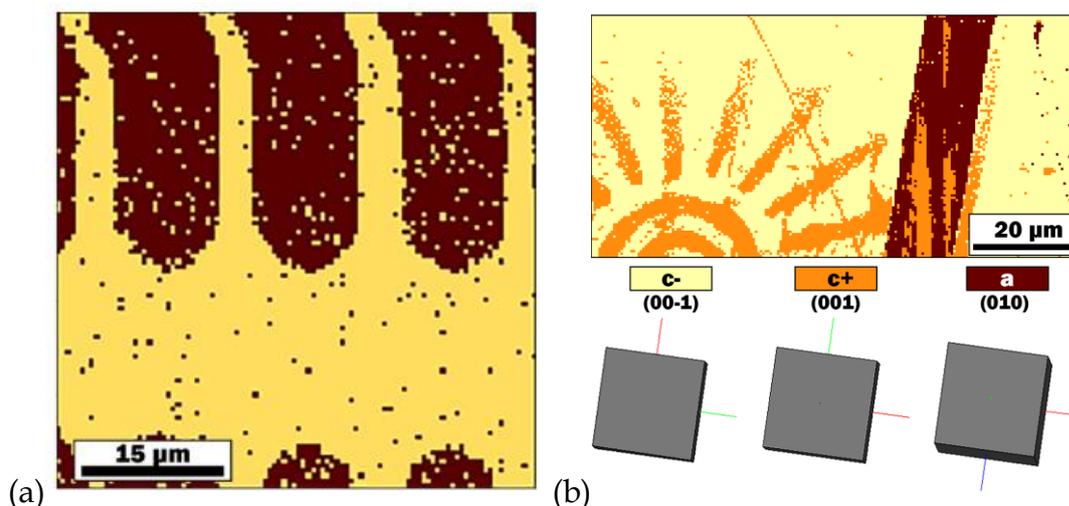


Fig.1. (a) Periodical structure of 180° -domains in lithium niobate crystal and (b) artificial domain structure in PMN-PT crystal revealed by EBSD diffraction mapping and consequent dictionary indexing based on dynamical diffraction simulation.

The technique opens the possibility for mapping polar domain structures and absolute domain orientations in a variety of technologically important materials in a non-destructive manner. Moreover, taking into account development of modern hardware utilized for EBSD orientation mapping the technique could be extended to in-situ studies to observe how the population, and structure of ferroelectric domains evolve as a function of temperature and/or applied field.

The equipment of the Ural Center for Shared Use “Modern nanotechnology” Ural Federal University was used. The research was made possible by the Russian Science Foundation (grant No. 19-72-00091).

Список литературы:

- [1] F. Xu, S. Trolier-McKinstry, W. Ren, et al., *J. Appl. Phys.* **89**, 1336 (2001).
- [2] Y.H. Hu, H.M. Chan, Z.X. Wen, et al., *J. Am. Ceram. Soc.* **69**, 594 (1986).
- [3] P.G. Callahan, M. De Graef, *Microsc. Microanal.* **19**, 1255 (2013).

Магнитные пинцеты на основе микропроводов α -Fe/FeCoBDyPr

Дворецкая Е.В., Дремова Н.Н., Королева Н.Д., Моргунов Р.Б., Коплак О.В.

Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка
dvoretskaya95@yandex.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.23.63.005

Медицинская спинтроника и биофизика выдвигает новые требования к позиционированию, манипулированию и исследованию свойств отдельных молекул или групп биообъектов. Многообещающей является возможность управления магнитомеченными «мягкими» биологическими объектами посредством магнитного поля от магнитного пинцета. Изменяя градиент магнитного поля и положение магнитного пинцета можно управлять силой действующей на ферромагнитную частицу или магнитомеченную клетку, вращать и перемещать ее без механического, теплового или другого воздействия. В качестве магнитных пинцетов могут быть применены магнитомягкие микропровода [1]. В нашей работе мы представляем новый тип микропроводов, созданных на основе $3d$ и $4f$ металлов, которые совместимы с биологическими объектами (Рис.1).

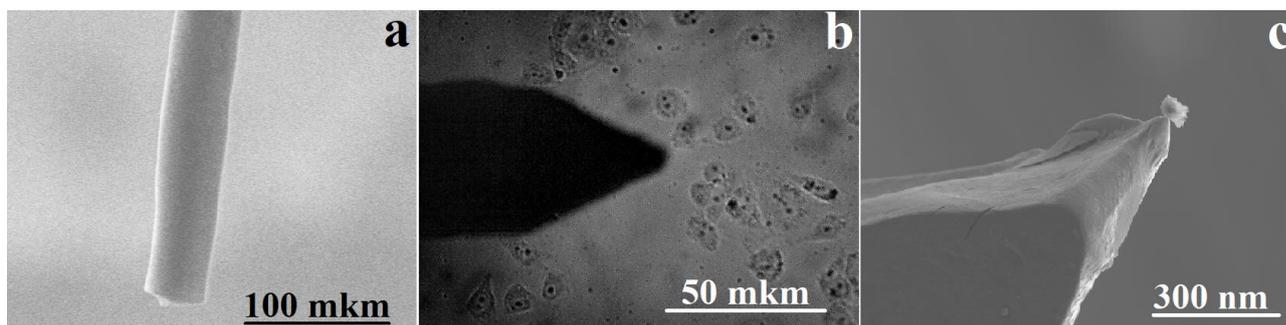


Рис.1 а) СЭМ изображение одиночного микропровода; б) Оптическое изображение микропровода и клеток HeLa; в) СЭМ изображение конусообразного конца микропровода с ферромагнитной частицей.

Благодаря подобранному многокомпонентному составу редкоземельных и переходных элементов и быстрому охлаждению расплава были получены микропровода, содержащие кристаллическое ядро α -Fe и аморфную ферромагнитную оболочку FeCoBDyPr [2,3]. Поле переключения микропроводов характеризуется узкой прямоугольной петлей магнитного гистерезиса с коэрцитивной силой 10-100 Oe. Исследованы температурные и полевые зависимости магнитного момента микропроводов. Оценен вклад поперечной и продольной составляющих намагниченности. Выявлена взаимосвязь между интегральной намагниченностью, определенной

SQUID-магнитометрами распределением поверхностной намагниченности, детектируемой методами магнито-силовой микроскопии и магнито-оптическим эффектом Керра.

Поскольку контроль качества поверхности микропроводов становится критичным в условиях механических или термомагнитных испытаний и их влияния на стабильность магнитных характеристик были детально исследованы их рельеф и параметр шероховатости в зависимости от геометрических размеров, методами сканирующей и электронной микроскопии. С целью локализации магнитного поля и контроля площади контактного размера конца микропровода, путем химической обработки были получены микропровода конусообразной формы (Рис. 1 b,c). Благодаря такому контролируемому размеру и форме конца микропровода α -Fe/FeCoBDyPr, становится возможным захват одиночной ферромагнитной частицы и позиционирование биологических объектов (Рис. 1 c). В данном случае были использованы клетки HeLa – аденокарцинома шейки матки человека, полученные из коллекции клеточных культур позвоночных.

Линейная геометрия и малый диаметр микропроводов α -Fe/FeCoBDyPr позволяют применять их в качестве магнитных манипуляторов и делают их комплиментарными с капиллярными устройствами в медицине и биологии, располагая микропроволочные сенсоры в кровеносных сосудах и устройствах, моделирующих биологические процессы.

Данная работа была поддержана научным проектом «Стабильность» 20-32-70025.

Список литературы:

- [1] О.В. Коплак и др., *ФТТ*, **62** (4), 562 (2020).
- [2] R.V. Morgunov и др., *JMMM*, **497**, 166004 (2020).
- [3] О.В. Коплак и др., *ФТТ*, **61**, 2090 (2019).

Исследование аморфных и кристаллических кластеров германия в плёнка GeSi_xO_y

Кривякин Г.К.^{1,2}, Володин В.А.^{1,2}, Гамбараян М.П.¹, Черкова С.Г.¹, Stoffel M.³, Rinnert H.³, Vergant M.³

¹Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия

²Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

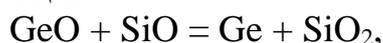
³Universite de Lorraine, Institut Jean Lamour UMR CNRS 7198 B.P. 70239,
54506 Vandoeuvre-les-Nancy, Cedex, France
e-mail: krivyakin@isp.nsc.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.40.88.007

Вследствие непрямозонной энергетической структуры объёмных германия и кремния, вероятность излучательной рекомбинации (относительно безизлучательной) в них крайне мала. Данный факт существенно сдерживает их применение в современной оптоэлектронике. Одним из способов преодоления этого фундаментального ограничения является использование нанокристаллов кремния и германия, в которых существенную роль начинают играть квантово-размерные эффекты [1].

В настоящей работе исследовалась структура плёнок нестехиометрических германосиликатных стекол двух типов: GeO_x[SiO]_(1-x) и GeO_x[SiO₂]_(1-x) (в дальнейшем просто GeO[SiO] и GeO[SiO₂]) с сформированными нанокристаллами германия методом изотермических отжигов. Плёнки были выращены на кремниевой подложке путём совместного испарения электронным пучком пар мишеней GeO/SiO и GeO/SiO₂ соответственно.

Методом КРС было установлено что в плёнках GeO[SiO], в отличие от GeO[SiO₂], отдельно присутствовала фаза аморфного германия, получившаяся судя по всему, в результате реакции



несмотря на низкую температуру подложки во время роста. Последующий отжиг при 550°C привёл к росту сигнала от Ge-Ge связей, что объясняется тем, что не весь монооксид германия прореагировал во время роста. Отжиг плёнки GeO[SiO₂] при 550°C привёл к появлению сигнала Ge-Ge связей, связанного с появлением в плёнке аморфных кластеров Ge.

Отжиг при 650°C привёл к частичной кристаллизации аморфных кластеры германия. ВРПЭМ-изображения плёнок GeO[SiO] и GeO[SiO₂], приведены на рисунке 1, явно показывают наличие нанокристаллов германия диаметром 5-6 нм. Причём данные КРС показали что аморфная фаза Ge всё ещё присутствует, и её доля в плёнках GeO[SiO] больше чем в плёнках GeO[SiO₂].

Так же интересным результатом стал эффект некой самоорганизации в плёнках GeO[SiO₂] после отжига при 650°C, который привёл к формированию НК германия в виде агломератов в латеральных плоскостях (рисунок 2). Подобные структуры можно получить путём отжига многослойных структур [2],

однако в данном случае, изначально плёнки представляли собой твёрдый раствор.

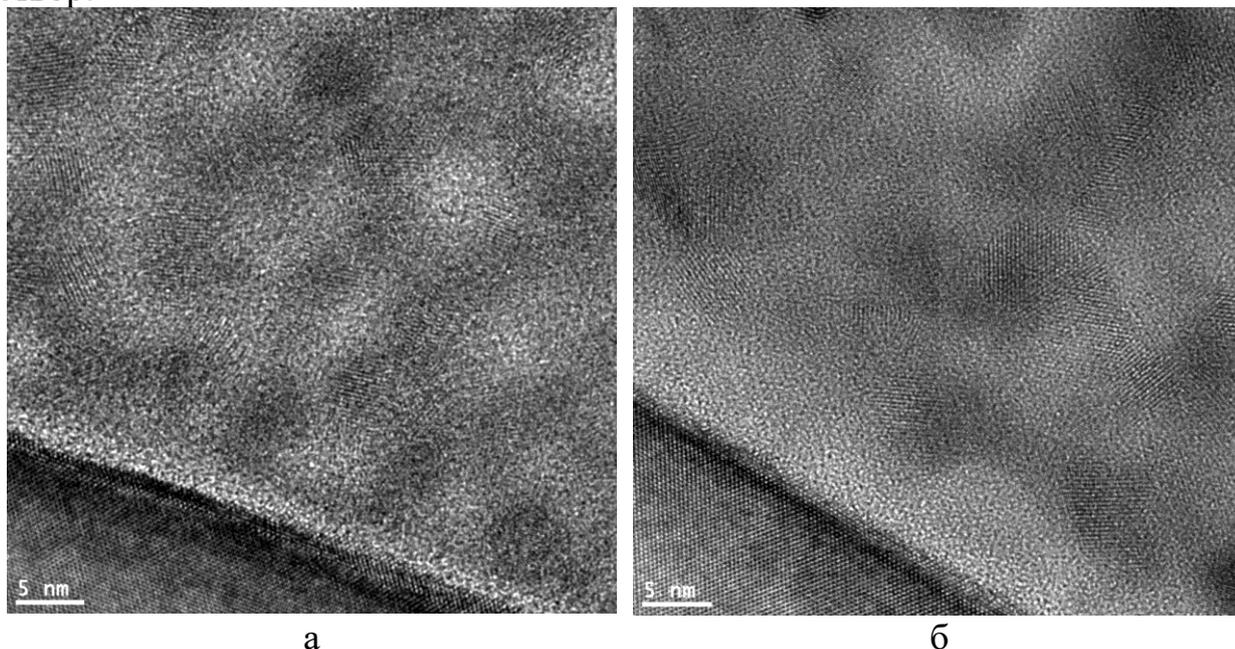


Рисунок 1. Изображения ВРПЭМ границы интерфейса плёнка/подложка, после отжига 650°C: а – плёнка $\text{GeO}_x[\text{SiO}]_{(1-x)}$, б – плёнка $\text{GeO}_x[\text{SiO}_2]_{(1-x)}$.

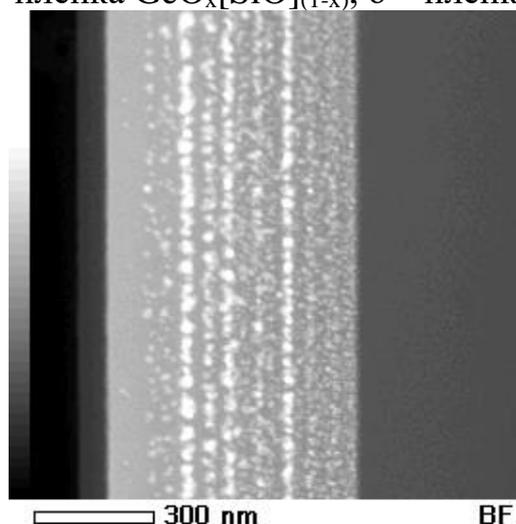


Рисунок 2. Изображение HAADF плёнки $\text{GeO}_x[\text{SiO}_2]_{(1-x)}$ после отжига 650°C.

Изображение просвечивающей электронной микроскопии были получены в ЦКП “ВТАН” НГУ.

Данная работа была поддержана фондом РФФИ, проект № 19-07-00367.

Список литературы:

- [1] Z. Ni, S. Zhou, S. Zhao, W. Peng, D. Yang, X. Pi, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **138**, 85-117 (2019).
- [2] V.A. Volodin, A.G. Cherkov, A.Kh. Antonenko, M. Stoffel, H. Rinnert, M. Vergnat. *Mater. Res. Express*, **4**, 075010

Микроструктурный анализ сверхпроводящих лент второго поколения на основе (RE)BCO с искусственными центрами пиннинга различной природы

Овчаров А.В.¹, Суворова Е.И.², Каратеев И.А.¹, Дегтяренко П.Н.^{3,4}, Чепиков В.Н.^{3,5},
Кауль А.Р.^{3,5}, Васильев А.Л.^{1,2,6}

¹ НИЦ «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия

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

³ ЗАО СуперОкс, 117246, Москва, Россия

⁴ Объединённый институт высоких температур РАН, 125412, Москва, Россия

⁵ МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Россия

⁶ Московский физико-технический институт, 141701, Московская обл., Долгопрудный, Россия
e-mail: Ovcharov.91@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.42.97.008

В настоящее время сверхпроводящие ленты второго поколения на основе $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (RE123), где RE – редкоземельный элемент (Y, Eu, Gd, Nd), активно используются в модернизации мировой сети линий электропередач, компактных устройствах неинвазивной диагностики для медицины, а также в создании индукционных нагревателей, мощных малогабаритных двигателей и др. Для успешного использования устройств на основе высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) во внешних магнитных полях необходимо обеспечить закрепление вихрей Абрикосова на системе несверхпроводящих дефектов - центров пиннинга. Центры пиннинга можно разделить на два типа: естественные, возникающие спонтанно в процессе роста пленок, и искусственные (ИЦП), которые специально вводятся во время ростового процесса, либо формируются в готовых ВТСП лентах. В частности, к ИЦП относятся радиационные повреждения, возникающие под действием быстрых ионов или нейтронов, а также введение добавок на основе перовскитных соединений, таких как $BaSnO_3$ (BSO) и $BaZrO_3$ (BZO) [1].

В настоящей работе представлены результаты исследования микроструктуры сверхпроводящих лент на основе Gd123 с ИЦП BSO/BZO, полученных с различными скоростями роста (375, 560 и 750 нм/мин) и различными концентрациями допирующих примесей (0, 6, 12 и 18 мольных процентов) [2-3], а также влияния облучения коммерческой ВТСП ленты на основе Y123 ионами ^{131}Xe с флюенсами 10^{11} или $5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ и энергиями 167, 77 и 46 МэВ методами электронной микроскопии [4-5].

Исследования показали, что в образцах, допированных перовскитами, в слое сверхпроводника образуются тонкие нанокolonны, представляющие собой включения BSO/BZO в сверхпроводящую матрицу (Рис. 1-а). Показана зависимость плотности нанокolonн и их диаметров от параметров роста. Также был интерпретирован образующийся небольшой наклон нанокolonн относительно матрицы.

При облучении ионами ^{131}Xe с энергиями в интервале 167 – 46 МэВ в слое сверхпроводника образуются радиационные дефекты с аморфной структурой – ионные треки, их средний диаметр составляет 5 нм (Рис. 1-б). Количественный микроанализ и спектроскопия характеристических потерь показали, что внутри образующихся треков происходит уменьшение концентраций Y, Ba, Cu и O и падение значения плотности материала по сравнению с матрицей Y123. Установлен верхний предел минимальной электронной тормозной способности ионов для создания радиационных дефектных областей в Y123.

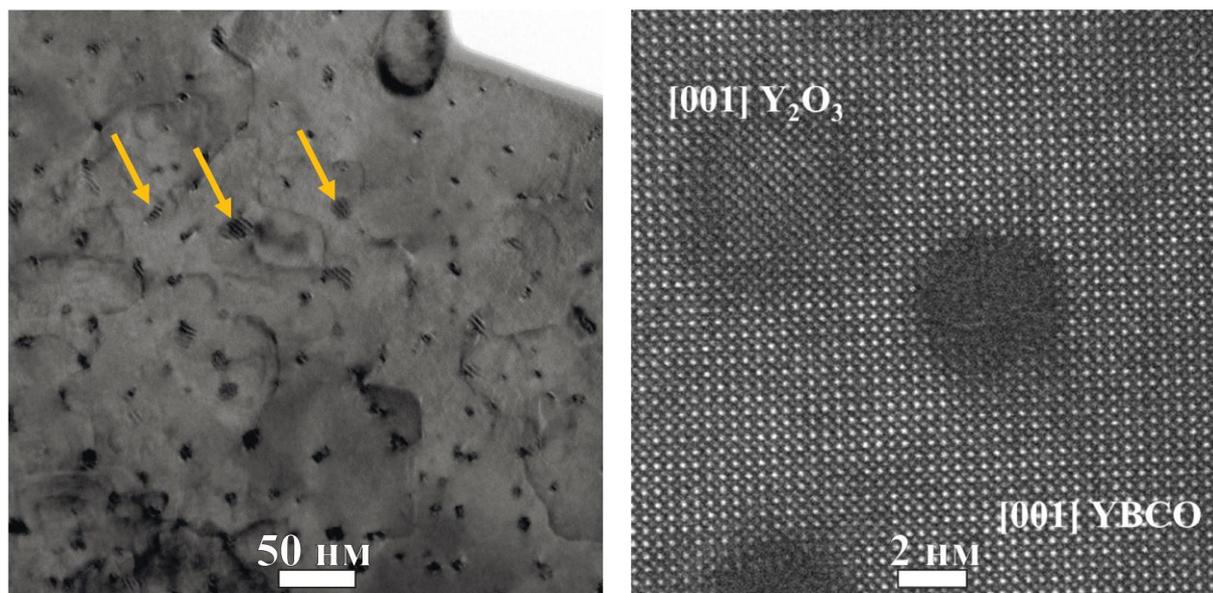


Рис.1. а (слева) ПЭМ изображение планарного среза образца Gd123 с ИЦП типа BSO; б (справа) Радиационные повреждения (аморфные области) на ВР ПЭМ изображении планарного среза слоя Y123, облучённом ионами ^{131}Xe с энергией 46 МэВ

Список литературы:

- [1] V. Chepikov, N. Mineev, P. Degtyarenko et al., *Superconductor Science & Technology*, **30**, 124001 (2017).
- [2] A. Ovcharov, P. Degtyarenko, V. Chepikov et al., *Scientific Reports*, **9**, 15235 (2019).
- [3] P. Degtyarenko, S. Gavrilkin, A. Tsvetkov et al., *Superconductor Science & Technology*, **33**, 045003 (2020)
- [4] E. Suvorova, O. Uvarov, A. Ovcharov et al., *Philosophical Magazine*, **98**, 3127-3142 (2018).
- [5] E. Suvorova, P. Degtyarenko, I. Karateev et al., *Journal of Applied Physics*, **126**, 145106 (2019).

EDS analysis of the penetration of quantum dots and plasmon nanocrystals into a porous matrix

Baranov M.A., Litvin A.P., Dubavik A., Andreeva O.A.

ITMO University, 49A Kronverksky pr., Saint-Petersburg 197101, Russia

e-mail: mbaranov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.79.73.009

In the visible spectral range, the effect of metal-enhanced fluorescence can provide more intensive light emission. To achieve this, an interaction between plasmonic noble metal nanoparticles and emitters has been extensively studied,[1,2] Unfortunately, there is a lack of MEF nanostructures for the near-infrared (NIR) range, in which the intensive light emitters are extremely in demand for different applications. The lead sulfide (PbS) quantum dots (QDs) provide an appropriate light source in NIR [3]. With that the copper selenide (Cu_{2-x}Se) semiconductor nanocrystals have attracted much attention as plasmonic nanocrystals (PNC) with tunable plasmonic band covering wide range of NIR [4].

To realize a NIR emitter which exploits plasmonic enhancement of radiation, an appropriate matrix must be selected which should satisfy to several conditions: while the emitters and PNCs should be separated from each other to prevent PL quenching by means of nonradiative energy transfer.[3] With that the distance between the emitter and PNC should be short enough ($\approx 5\text{--}20$ nm) to provide an effective enhancement.[3] The nanoporous silicate matrix (NSM) can satisfy these demands.[5] Its porous structure provides the separation between embedded QDs and PNCs, while high porosity allows joint loading of the nanoparticles. The latter was verified in this study.

The Cu_{2-x}Se PNCs with an average diameter of 3.7 ± 1.1 nm and PbS QDs with average diameter of 4.4 nm were used in this experiments. Fig. 1a shows SEM image of NSM surface with pores of mean diameter of ≈ 17 nm and porosity of $\approx 50\%$. Fig. 1(b) shows SEM image of the edge of NSM sample (upper panel) and the content of S, Cu, and Si along the line shown on upper panel obtained by EDS elemental analysis (lower panel). Spatial distribution of QDs and PNCs along the line can be analyzed by considering the element content of S and Cu, respectively. An important argument indicating the realization of plasmon enhancement of QD fluorescence in the presence of plasmon nanoparticles is the proof of their combined penetration into the porous matrix. To obtain data on the depth of penetration of QDs and PNCs into the matrix, we used an EDS analysis of the elemental composition of nanoparticles embedded in the pores of the matrix. EDS analysis was performed using a scanning electron microscope Merlin, Zeiss equipped with an Oxford X-MAX 80 detector.

(a)

(b)

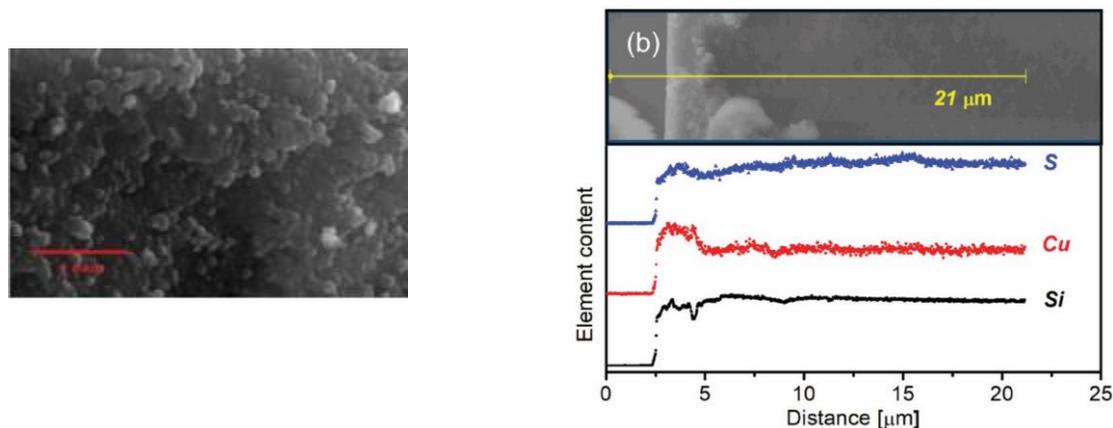


Fig. 1. (a) SEM image of NSM surface with pores of mean diameter of ≈ 17 nm and porosity of $\approx 50\%$. (b) SEM image of the edge of NSM sample (upper panel) and the content of S, Cu, and Si along the line shown on upper panel obtained by EDS elemental analysis (lower panel). Spatial distribution of QDs and PNCs along the line can be analyzed by considering the element content of S and Cu, respectively

Data analysis in fig. 1b shows that both PbS QDs and Cu_{2-x}Se PNCs penetrate into the porous matrix to a depth of about $2.5 \mu\text{m}$. Just from this volume the fluorescence enhancement has been detected. This circumstance shows the possibility of using NSM to implement the effect of enhancing fluorescence in the NIR range, which was demonstrated later in the analysis of the optical parameters of the PbS QDs / Cu_{2-x}Se PNCs system.

Thus, the use of electron microscopy with the possibility of EDS analysis allowed us to draw a conclusion about the observed mechanism of amplification of fluorescence of QDs in the NIR spectral range.

Acknowledgements: This work was supported by the Russian Science Foundation (19-13-00332).

- [1] J. R. Lakowicz, *Anal. Biochem.* 2005, 337, 171.
- [2] M. Hu, J. Chen, Z.-Y. Li, L. Au, G. V. Hartland, X. Li, M. Marquez, Y. Xia, *Chem. Soc. Rev.* 2006, 35, 1084.
- [3] C. D. Geddes, J. R. Lakowicz, *J. Fluoresc.* 2002, 12, 121.
- [4] J. A. Fauchaux, A. L. D. Stanton, P. K. Jain, *J. Phys. Chem. Lett.* 2014, 5, 976.
- [5] A. O. Orlova, Y. A. Gromova, V. G. Maslov, O. V. Andreeva, A. V. Baranov, A. V. Fedorov, A. V. Prudnikau, M. V. Artemyev, K. Berwick, *Nanotechnology* 2013, 24, 335701.

Исследование дислокационных розеток после индентирования в пленке GaN p-типа методом катодолюминесценции.

Вергелес П.С.¹, Якимов Е.Б.¹, Поляков А.Я.², Орлов В.И.^{1,3}

¹ИПТМ РАН, Черноголовка

²НИТУ МИСИС, Москва

³ИФТТ РАН, Черноголовка

e-mail: vergelesp@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.26.96.010

GaN и твердые растворы на его основе широко используются для создания мощных электронных приборов. Однако, оптические, электрические и механические свойства дислокаций в этом материале до сих пор полностью не изучены. Кроме того, свойства дислокаций могут существенно различаться в зависимости от типа легирования материала, как, например, в Si. И если свойства дислокаций в GaN n-типа исследуются достаточно широко, то работы по изучению свойств дислокаций в GaN p-типа практически полностью отсутствуют. В данной работе представлены результаты исследований оптических и рекомбинационных свойств свежевведенных дислокаций в пленке GaN p-типа.

В исследовании использовалась пленка GaN p-типа, выращенная на сапфире с ориентацией (0001) методом MOCVD, при этом уровень легирования Mg был порядка 10^{20} см⁻³. Дислокации вводились при помощи индентирования в диапазоне температур от комнатной температуры до 873K. Нагрузка на инденторе была равна 1.1 Н. Исследования проводились методом катодолюминесценции (КЛ) в растровом электронном микроскопе JSM 6490, оборудованного системой MonoCL3 с фотоумножителем Hamamatsu в качестве детектора.

На Рис.1а приведено КЛ изображение в панхроматическом режиме дислокационной розетки после индентирования при комнатной температуре. Из приведенного изображения видно, что, в p-GaN уже при комнатной температуре формируется звездообразная дислокационная розетка, в то время как подобная дислокационная розетка в n-GaN начинает формироваться при температурах выше 573K [1]. Таким образом, можно сделать вывод о том, что в GaN p-типа скольжение в дислокаций в поперечных плоскостях начинается при более низких температурах, чем в n-GaN. Стоит отметить, что в данном образце, как и в работе [1], в спектре КЛ вблизи от отпечатка от индентора не было линии свечения с энергией 3.1 эВ, которая наблюдалась в области пластической деформации во многих работах [2-5]. Также не были выявлены дислокационные петли, лежащие в плоскости {0001} идвигающиеся параллельно поверхности, что, видимо, можно объяснить большой плотностью ростовых дислокаций.

Поскольку индентирование проводилось в диапазоне температур от комнатной температуры до 873K, то, аналогично [1], была построена

зависимость пробега лидирующей дислокацией от центра отпечатка от индентора от обратной температуры. Эта зависимость представлена на Рис.1б (пустые фигуры). Известно, что эта зависимость $\sim \exp(-E_{\text{eff}}/kT)$ [6], где $E_{\text{eff}} = \Delta E / (2m+1)$, ΔE есть энергия активации скольжения дислокации, а m – некоторый параметр, который, согласно [1], находится в диапазоне от 3 до 5. Таким образом, в логарифмическом масштабе экспериментальная зависимость должна иметь линейный вид, что, как видно из Рис.1б, хорошо выполняется (расчетная кривая показана сплошной линией). Из подгонки экспериментальных данных было получено, что $E_{\text{eff}} = 0.031$ эВ и, соответственно, $\Delta E = 0.28 \pm 0.06$ эВ, что существенно меньше величины энергии активации, полученной в [1].

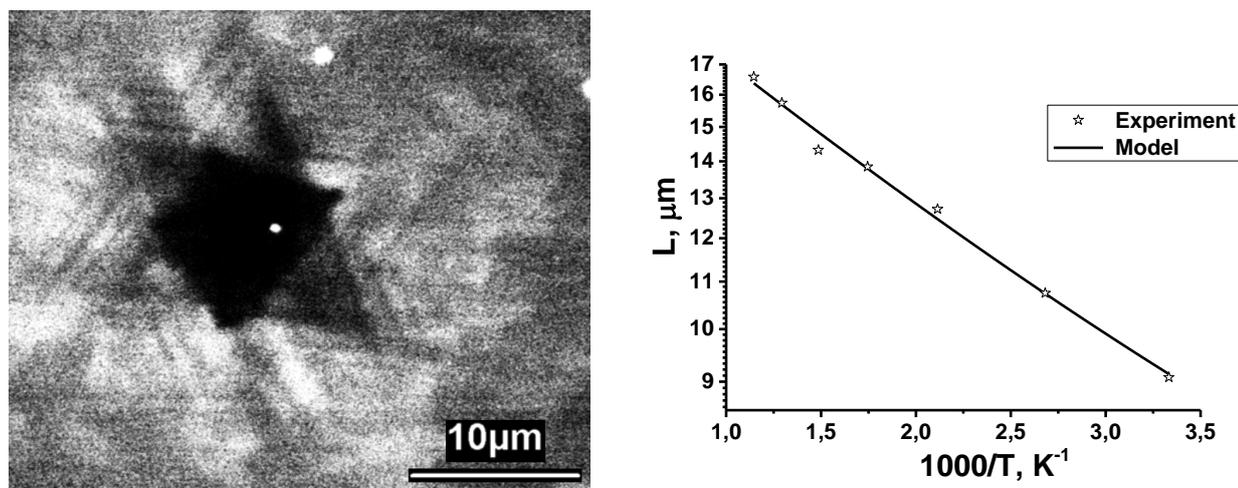


Рис.1. а – КЛ изображение дислокационной розетки при индентировании при комнатной температуре; б – экспериментальная (пустые фигуры) и расчетная (сплошная линия) зависимости пробега лидирующей дислокации от температуры

Список литературы:

- [1] V. I. Orlov, P. S. Vergeles, E. B. Yakimov, X. Li, J. Yang, G. Lv, and S. Dong, Phys. Status Solidi A, **216**, 1900163 (2019).
- [2] O. Medvedev, O. Vyvenko, E. Ubyivovk, S. Shapenkov, A. Bondarenko, P. Saring, and M. Seibt, J. Appl. Phys., **123**, 161427 (2018)
- [3] M. Albrecht, L. Lymperakis, and J. Neugebauer, Phys. Rev. B, **90**, 241201(R) (2014)
- [4] J. Huang, K. Xu, Y.M. Fan, J.F. Wang, J.C. Zhang, and G.Q. Ren, Nanoscale Res. Lett., **9**, 649 (2014)
- [5] O. Medvedev, O. Vyvenko, A. Bondarenko, Phys. Status Solidi C, **14**, 1700111 (2017)
- [6] I. V. Gridneva, Yu. V. Milman, V. I. Trefilov, and S. I. Chugunova, Phys. Status Solidi A, **54**, 195 (1979).

Исследование влияния ПАВ на морфологию оксида алюминия

Посельская Ю.В.¹, Викторов В.В.¹, Учаев Д.А.²

¹ Южно-Уральский государственный гуманитарно-педагогический университет, 454080 г. Челябинск

² Южно-Уральский государственный университет, 454080 г. Челябинск

e-mail: p.yu.v78@bk.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.60.88.011

Образцы синтезированы гидролизом нитрата алюминия ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) парами аммиака в присутствии неионогенного поверхностно-активного вещества (ПАВ) - изооктилового эфира декаэтиленгликоля (ИДЭГ), известного как вещество вспомогательное ОП-10. Полученные образцы отмыты в 96 масс.% растворе этанола, высушены при 80-90°C и прокалены при 440-460°C с целью окончательного удаления примесей, а также формирования оксида алюминия.

Исследование влияния переменных концентраций ИДЭГ на морфологию продукта проведено с помощью сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM-7001F (рисунок 1, а) и просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения Jeol JEM-2100 (рисунок 1, б).

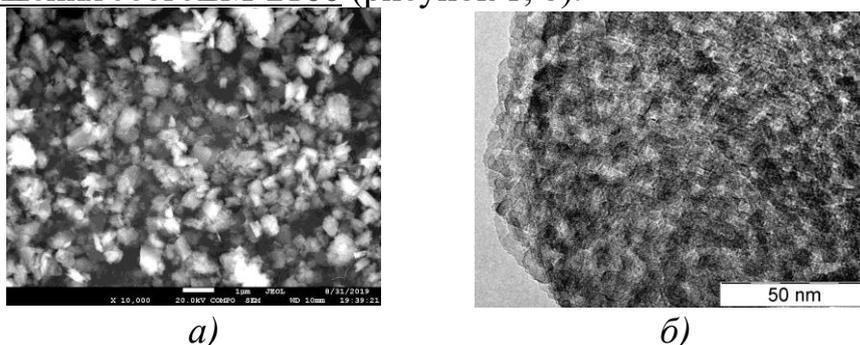


Рис. 1: а) СЭМ образца с 36% ИДЭГ, после высушивания;
б) ПЭМ образца с 40% ИДЭГ, после прокаливания.

Установлено, что применение ПАВ влияет на однородность и степень упорядоченности конечного оксида алюминия, формирование которого при определённых концентрациях ИДЭГ происходит через промежуточный жидкокристаллический раствор [1]. Однако, выявление наличия или отсутствия трёхмерной периодичности структуры оксида алюминия, полученного в присутствии ПАВ, требует дополнительного исследования альтернативными методами.

Список литературы:

- [1] Посельская Ю.В., Викторов В.В., Живулин В.Е. Получение мезопористого оксида алюминия на основе жидкокристаллического состава // Сб. тезисов докладов и сообщений на Всерос. конф. Электронные, спиновые и квантовые процессы в молекулярных и кристаллических системах – Уфа - 2019. – С.144.

Агломерация ансамблей серебряных НП, полученных методом шаблонного синтеза

Бедин С.А.¹, Кожина Е.П.², Ковалец Н.П.¹, Долуденко И.М.², Разумовская И.В.¹, Каневский В.М.²

¹Московский педагогический государственный университет

²ФНИЦ «Кристаллографии и фотоники РАН»

e-mail: bserg5@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.21.40.012

В мире существует отлаженное производство трековых мембран (ТМ) с различными характеристиками. Производимые в настоящее время ТМ имеют поры различного диаметра и наклона (что достигается путем изменения наклона пленки в процессе ее облучения и дает возможность уменьшить вероятность нежелательного перекрытия пор), а также достаточно высокую плотность пор (необходимую для повышения производительности мембраны) [1]. Помимо фильтрации (основное назначение), ТМ нашли широкое применение в качестве шаблонов для синтеза наноструктур. Заполняя поры ТМ различными веществами, можно получать как отдельные, так и ансамбли одинаковых по размеру и форме нанопроволок (НП). Одним из наиболее простых и распространённых методов заполнения является электрохимическое осаждение. В зависимости от того, из какого металла изготовить НП, они будут обладать различными уникальными свойствами – магнитными, оптическими и др. Отдельный интерес представляют механические свойства получаемых НП. Существуют различные подходы к измерению и оценке прочности НП, большинство из которых связано с измерением жёсткости НП методами АСМ [2].

В данной работе были исследованы подложки с НП, изготовленными методом шаблонного синтеза. В качестве шаблонов использовали промышленные ТМ с диаметром пор от 60 до 150 нм и поверхностной плотностью пор от $8,4 \cdot 10^9$ до $9,3 \cdot 10^8$ см⁻², соответственно. Поры в исходных ТМ гальванически заполняли медью, серебром и никелем с формированием массивной металлической подложки из меди. Длина НП получаемая в порах определялась временем заполнения шаблона. После заполнения полимерный шаблон с нанопроволоками внутри пор отмывали от электролита и растворяли в концентрированном растворе щёлочи (6М NaOH) при высокой температуре (60°C). После растворения шаблона металлические подложки с НП промывали в дистиллированной воде.

Аттестацию полученных подложек проводили методами оптической микроскопии на оптическом инспекционном микроскопе Nikon LV100 (Japan) и растровой электронной микроскопии JEOL JCM-6000. На этом этапе была получена информация о длине НП и их поведении при испарении воды с их поверхности.

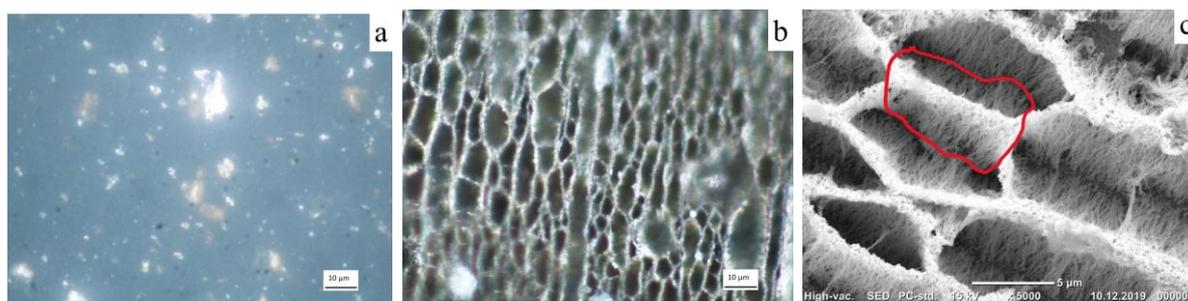


Рис.1. Поверхность подложки с ансамблем НП диаметром 60 нм и длиной 12 мкм. Фото поверхности в мокром виде в оптическом микроскопе (а) и того же участка после высыхания (b). Увеличенное изображение поверхности подложки (вид сверху) полученное на РЭМ (с).

На рисунке 1 приведены фотографии поверхности подложки с ансамблем НП диаметром 60 нм. Процесс высыхания подложек с НП после отделения шаблона наблюдался в оптическом микроскопе. Размер НП слишком мал, чтобы при этом различить отдельные НП. На фото рис. 1а видно, что на мокрой подложке НП однородно расположены по всей поверхности. При высыхании, под воздействием капиллярных сил, НП, агломерируют в пучки микронных размеров (Рис. 1b), размеры которых достаточны для наблюдения в оптическом микроскопе. После полного высыхания подложек была проведена их аттестация на РЭМ (рис.1с), в ходе которой была получена информация о длине НП, характере слипания отдельных НП с друг другом и размере области слипания.

В работе было показано, что область слипания НП напрямую зависит от длины и диаметра НП. НП малого диаметра (60 нм) и большей длины (12 мкм) более гибкие и агломерируют с большей площадью. НП большего диаметра (150 нм) образуют менее плотные пучки, в которых участвует меньшее количество НП. На процессе агломерации НП так же сказывается длина НП. НП большей длины легче изгибаются под действием капиллярных сил. Обсуждается методика расчёта механических свойств ансамблей НП. Предлагается полукачественная энергетическая модель слипания НП в жидкой среде.

Данная работа была поддержана Министерством образования и науки РФ (шифр заявки №2019-1329) и Российским фондом фундаментальных исследований (грант № 18-29-12099 мк).

Список литературы:

- [1] P. Apel, *Radiation Measurements*, **Volume 34**, pp. 559-566 (2001).
- [2] M. N. Esfahani, *Adv. Eng. Mater.*, **Volume 21**, p. 1900192 (2019).

Просвечивающая электронная микроскопия в трибологии наноструктурных материалов

Бондарев А.В.

*Department of Control Engineering, Czech Technical University in Prague, Technicka 2,
Prague 6, 16627, Czech Republic
e-mail: bondaan2@fel.cvut.cz*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.60.92.013

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) является одним из наиболее мощных и универсальных инструментов для решения материаловедческих задач. Однако в трибологии, как одном из направлений на стыке механики и материаловедения, использование ПЭМ было не так распространено до последнего времени. Применение новых наноструктурных материалов для снижения трения и повышения износостойкости механизмов, а также появление новых приборных возможностей, таких как *in situ* ПЭМ испытания, делают просвечивающую электронную микроскопию неотъемлемым инструментом для анализа механизмов трения.

В работе суммированы результаты исследований многокомпонентных наноконпозиционных PVD покрытий, предназначенных для работы в широком диапазоне температур в условиях трения [1]–[5], а также результаты исследований поведения наночастиц в качестве антифрикционных добавок в базовые масла [6]. ПЭМ позволяет получить информацию о морфологии и структуре продуктов износа и зоны трибоконтакта. Зачастую, изменения структуры в приповерхностных слоях толщиной несколько нанометров определяют трибологические характеристики пары трения и такие детали возможно наблюдать только с использованием ПЭМ. Комбинируя ПЭМ с пробоподготовкой методом ФИП, возможно наблюдать формирование трибослоя, аморфизацию или кристаллизацию материала после трибологических испытаний. Применение новых возможностей нагрева и механических испытаний непосредственно в колонне ПЭМ дает информацию о стабильности структуры материала, а в случае наночастиц, возможно непосредственное наблюдение процессов их деформации и характера движения в зоне механического контакта.

Список литературы:

- [1] D. V. Shtansky, A. V. Bondarev, P. V. Kiryukhantsev-Korneev, T. C. Rojas, V. Godinho, and A. Fernández, “Structure and tribological properties of MoCN-Ag coatings in the temperature range of 25-700 °c,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 273, pp. 408–414, 2013.
- [2] A. V. Bondarev, P. V. Kiryukhantsev-Korneev, D. A. Sidorenko, and D. V. Shtansky, “A new insight into hard low friction MoCN-Ag coatings intended for applications in wide temperature range,” *Mater. Des.*, vol. 93, pp. 63–72, 2016.

-
- [3] A. V. Bondarev, D. G. Kvashnin, I. V. Shchetinin, and D. V. Shtansky, “Temperature-dependent structural transformation and friction behavior of nanocomposite VCN-(Ag) coatings,” *Mater. Des.*, vol. 160, pp. 964–973, 2018.
- [4] A. V. Bondarev, P. V. Kiryukhantsev-Korneev, E. A. Levashov, and D. V. Shtansky, “Tribological behavior and self-healing functionality of TiNbCN-Ag coatings in wide temperature range,” *Appl. Surf. Sci.*, 2017.
- [5] A. V. Bondarev, S. Vorotilo, I. V. Shchetinin, E. A. Levashov, and D. V. Shtansky, “Fabrication of Ta-Si-C targets and their utilization for deposition of low friction wear resistant nanocomposite Si-Ta-C-(N) coatings intended for wide temperature range tribological applications,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 359, pp. 342–353, 2019.
- [6] A. V. Bondarev *et al.*, “Hollow spherical and nanosheet-base BN nanoparticles as perspective additives to oil lubricants: Correlation between large-scale friction behavior and in situ TEM compression testing,” *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 6, pp. 6801–6809, 2018.

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

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

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

²Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

³CIC nanoGUNE, San Sebastian, Spain.

e-mail: y.petrov@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.58.67.014

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

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

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

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

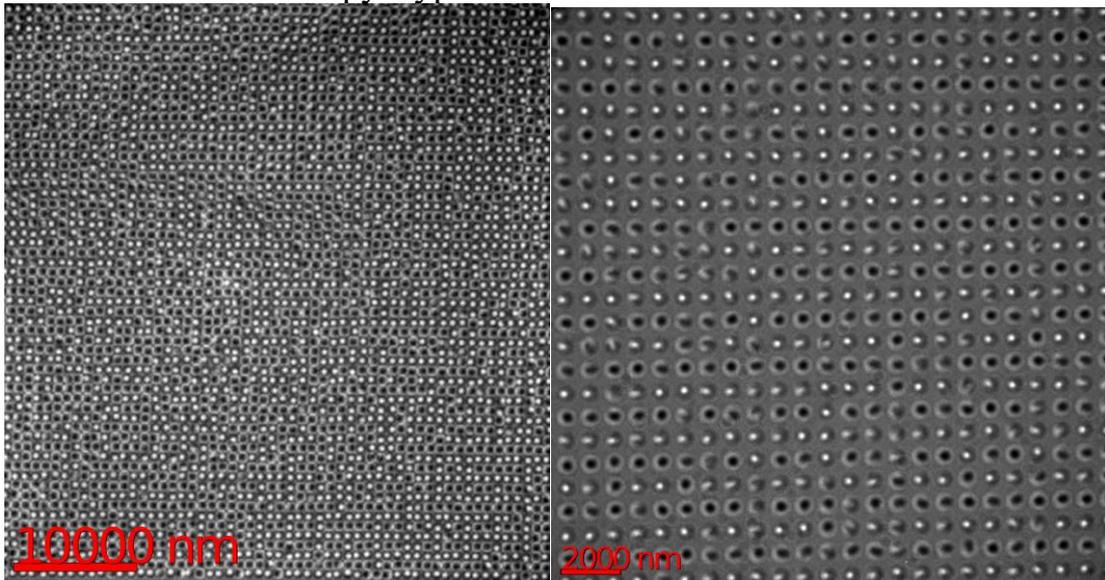


Рис.1. ЛПЭМ-изображения облученных ионами наноструктур с диаметром нм и дозой $4 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$.

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

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

Список литературы:

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

Наблюдение контраста органических и металлоорганических материалов в сканирующей электронной микроскопии

Петров Ю.В.¹, Васильева А.А.², Мамонова Д.В.², Маньшина А.А.²

¹Санкт-Петербургский государственный университет, физический факультет

²Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии

e-mail: y.petrov@spbu.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.80.86.015

Тонкие пленки органических материалов широко и разнообразно применяются в современном мире, в связи с чем, развитие методов контроля качества нанесения таких пленок не теряет своей актуальности. Одним из таких методов является сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Одним из способов усиления контраста между органическими соединениями является применение энергетической фильтрации вторичных и отраженных электронов, одной из тенденций развития современной электронной и ионной микроскопии [1-3], которая представляется перспективным методом исследования органических образцов, состоящих из нескольких соединений или обладающих сложной иерархической структурой [4,5].

В данной работе проводилось исследование таких органических материалов, как полианилин (ПАНИ) и углеродной матрицы, содержащей инкорпорированные наночастицы различных металлов. Такие композитные системы представляются перспективными материалами для создания на их основе электродов 2D и 3D архитектуры в составе устройств накопления и генерации энергии. Основным преимуществом предложенного композитного материала является комбинация полианилина, представляющего собой химически стабильную электропроводящую матрицу и каталитически активных металлических наночастиц, внедренных в углеродную фазу [6,7]. Наличие углеродной фазы в составе М@С наночастиц не только препятствует агрегации наночастиц каталитически-активного металла, но и обеспечивает адгезию М@С наночастиц к поверхности проводящей матрицы и наличие электрического контакта между полианилином и металлическими наночастицами.

В работе исследовались образцы пленок ПАНИ, полученных методом окислительной полимеризации анилина на подложках алюминия, меди, а также на поверхности и в порах нанопористой мембраны из оксида алюминия, полученной методом двухэтапного анодирования [8]. М@С наночастицы на поверхности пленок ПАНИ получены методом лазерно-индуцированного осаждения из растворов металлоорганических комплексов [9]. Таким образом, полученные образцы модельных электродов являются сложными многокомпонентными объектами (3D архитектура регулярных пор нанометрового диаметра с пленкой ПАНИ и М@С наночастицами на поверхности), представляющими интерес для анализа методами СЭМ.

Исследования контрастов СЭМ проводились с помощью сканирующих электронных микроскопов Carl Zeiss Merlin и Carl Zeiss Auriga. Для подтверждения присутствия металлических наночастиц выполнялся рентгеновский микроанализ с использованием спектрометра Oxford Inca X-act. Проводилась проверка возможности усиления контраста с использованием энергетической фильтрации вторичных и отраженных электронов.

Полученные результаты указывают на перспективность применения методов СЭМ, в том числе с энергетической фильтрацией, для наблюдения контраста между различными компонентами композитных материалов и анализа сплошности органических покрытий.

Данная работа была выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований, проект №20-58-12015 ННАО_а. Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» и ресурсного центра оптических и лазерных методов исследования вещества Научного парка СПбГУ.

Список литературы:

- [1] N.Stehling, R. Masters, Y. Zhou, et. al., *MRS Communications*, **8**, 226 (2018)
- [2] V.Y. Mikhailovskii, Y. V Petrov and O.F. Vyvenko, *J. Surf. Investig. X-Ray, Synchrotron Neutron Tech.*, **9**, 196 (2015)
- [3] P. Kazemian, S.A.M. Mentink, C. Rodenburg and C.J. Humphreys, *J. Appl. Phys.*, **100**, 54901 (2006)
- [4] Q. Wan, K.J. Abrams, R.C. Masters, et.al., *Advanced Materials*, **29**, 1703510 (2017),
- [5] R.C. Masters, A.J. Pearson, T.S. Glen, et.al., *Nature Communications*, **6**, 6928 (2015)
- [6] X.Y. Liu, A. Wang, T. Zhang and C.Y. Mou, *Nano Today*, **8**, 403 (2013)
- [7] S. Wang, Rogachev, M. Yarmolenko, et. al., *Applied Surface Science*, **428**, 1070 (2018)
- [8] V. Vega, J. García, J.M. Montero-Moreno, et. al., *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **7**, 28682 (2015)
- [9] S.Schlicht, A. Kireev, A.Vasileva, et. al., *Nanotechnology*, **28**(6), 065405 (2017)

Особенности кристаллической структуры новых соединений $\text{CsTe}_{1.625}\text{W}_{0.375}\text{O}_6$ и $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ со структурой β -пирохлора

Фукина Д.Г.¹, Боряков А.В.², Зубков С.Ю.¹, Сулейманов Е.В.¹, Суродин С.И.²

¹ННГУ им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

²Филиал РФЯЦ-ВНИИЭФ «НИИИС им. Ю.Е. Седакова», Нижний Новгород, Россия
e-mail: boryakov@phys.unn.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.70.83.016

Идеальная структура β -пирохлора с общей формулой AB_2O_6 (А – большой катион с низкой валентностью, В – маленький высокозарядный катион, способный к октаэдрической координации) имеет кубическую сингонию с пр. гр. $Fd\bar{3}m$. Размещение в позиции В катионов с различными физическими параметрами приводит к искажениям кристаллической структуры. В данной работе твердофазным методом получены новые соединения $\text{CsTe}_{1.625}\text{W}_{0.375}\text{O}_6$ и $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ со смешанной степенью окисления теллура и их формулы можно записать как $\text{CsTe}_{0.5}^{4+}\text{Te}_{1.125}^{6+}\text{W}_{0.375}^{6+}\text{O}_6$ и $\text{RbTe}_{0.5}^{4+}\text{Te}^{6+}\text{W}_{0.5}^{6+}\text{O}_6$. Валентное состояние атомов в $\text{CsTe}_{1.625}\text{W}_{0.375}\text{O}_6$ и $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ подтверждено методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Несмотря на то, что позиция В заселена тремя ионами с различными свойствами W^{6+} , Te^{6+} и Te^{4+} , методом рентгеноструктурного анализа определено, что соединения $\text{CsTe}_{1.625}\text{W}_{0.375}\text{O}_6$ и $\text{RbTe}_{1.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_6$ имеют кубическую сингонию с пр. гр. $Fd\bar{3}m$. Однако, в структурах наблюдаются сильные искажения кислородного окружения ионов W^{6+} , Te^{6+} и Te^{4+} , которые приводят к смещению части атомов кислорода из позиции 48f в ближайшие кристаллографические позиции 32e, 96g, 96h, 192i. Также обнаружены области существования фазы β -пирохлора с образованием твердых растворов $\text{CsTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.46-1.86$) и $\text{RbTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.28-1.77$). Морфология и состав полученных монокристаллов оценены методом растровой электронной микроскопии с использованием рентгеновского микроанализа. Данные соединения являются структурными аналогами β -пирохлора $\text{CsTe}_2\text{O}_{6-x}$ [1], в котором кубическая структура сохраняется за счет кислородных вакансий. В случае $\text{CsTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.46-1.86$) и $\text{RbTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.28-1.77$) появление в структуре крупного катиона W^{6+} стабилизирует кубическую структуру и дефектов по кислороду не возникает. Фазы $\text{CsTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.46-1.86$) и $\text{RbTe}_x\text{W}_{2-x}\text{O}_6$ ($x=1.28-1.77$) плавятся без разложения в температурных интервалах с увеличением содержания вольфрама $T_{\text{пл}} = 528 - 573$ °C и $T_{\text{пл}} = 383 - 473$ °C соответственно.

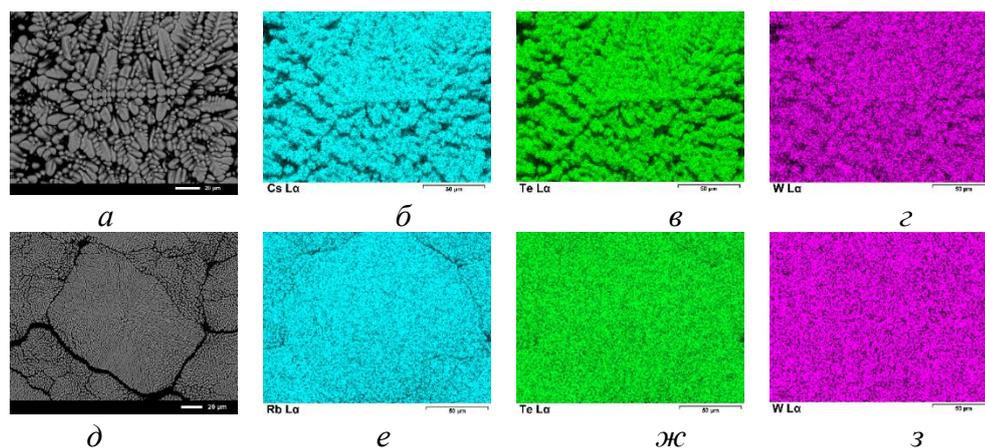


Рис.1. РЭМ изображения и карты распределения элементов для $CsTe_{1.625}W_{0.375}O_6$ (а-г) и $RbTe_{1.25}W_{0.5}O_6$ (д-з).

Список литературы:

- [1] Siritanon T., Li J., Stalick J.K., Macaluso R.T., Sleight A.W., Subramanian M.A., *Inorg. Chem.*, **Vol. 50.**, P. 8494–8501. (2011).

Твердофазная реакция в тонкопленочной системе Al/Ag

Жарков С.М.^{1,2}, Алтунин Р.Р.², Моисеенко Е.Т.²

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

²Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

e-mail: zharkov@iph.krasn.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.82.12.017

Методами *in situ* дифракции электронов и *in situ* измерения удельного электросопротивления исследованы структурные фазовые переходы, протекающие в процессе твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Ag, атомное соотношение Al:Ag=1:3, суммарная толщина 80 nm [1].

Микроструктура и элементный состав пленок исследованы при помощи просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 (ускоряющее напряжение 200 kV). Фазовый состав образцов определяли на основе анализа картин дифракции электронов, полученных методом микродифракции. Нагрев осуществляли непосредственно в колонне просвечивающего электронного микроскопа, используя держатель образцов (Gatan Model 652 Double Tilt Heating Holder). Синхронное измерение электросопротивления и температуры образца осуществляли при помощи источника-измерителя Keithley 2450 SourceMeter и цифрового мультиметра Keithley DMM6500. Для измерения электросопротивления использовали четырехзондовый метод.

Совместное использование двух методов позволило установить температуру начала твердофазной реакции между нанослоями алюминия и серебра и предложить модель структурных фазовых переходов в процессе реакции (Рис.1). Анализ результатов, полученных методом измерения электросопротивления (Рис.2), позволил установить температуру начала твердофазной реакции, а также температуру, при которой полностью расходуется ГЦК алюминий. Получить данную информацию путем анализа картин дифракции электронов для системы Al-Ag не представляется возможным, т.к. параметры ГЦК решеток Al и Ag отличаются всего на 0.9%. Твердофазная реакция на границе раздела нанослоев алюминия и серебра начинается при 70°C с образования твердого раствора Al-Ag, в котором при дальнейшем нагреве при 105°C начинают формироваться кристаллиты интерметаллического соединения γ -Ag₂Al. В ходе дальнейшего нагрева при 120°C расходуется весь доступный для реакции ГЦК алюминий, что приводит к началу формирования фазы μ -Ag₃Al. Рост фазы μ -Ag₃Al происходит за счет фаз γ -Ag₂Al и ГЦК серебра. Предполагается, что условием формирования фазы μ -Ag₃Al в результате твердофазной реакции в тонких пленках Al/Ag (толщиной до 100 nm) является существенное превышение серебра над алюминием по атомному составу. Показано, что формирование фазы μ -Ag₃Al начинается только после того, как в пленке израсходован весь ГЦК алюминий, что может быть связано с особенностями кинетики твердофазной реакции между алюминием и серебром.

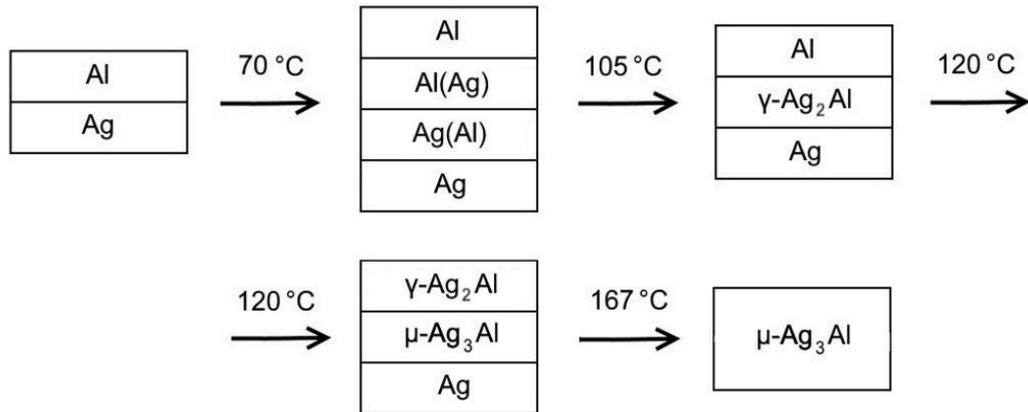


Рис.1. Последовательность формирования фаз в процессе твердофазной реакции в пленках Al/Ag (атомное соотношение Al:Ag=1:3).

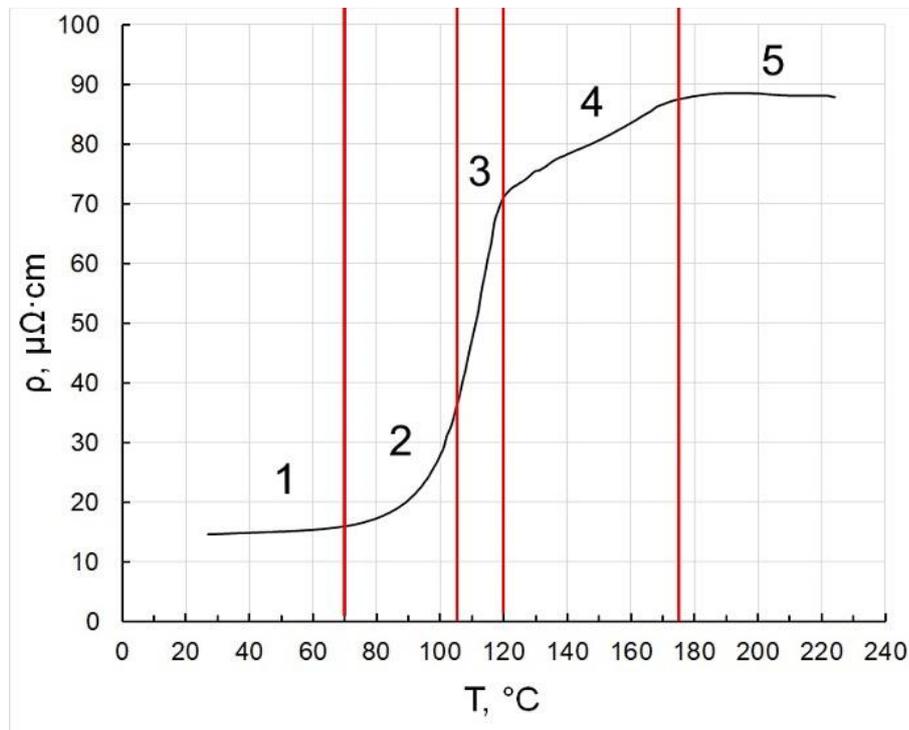


Рис.2. Зависимость удельного электрического сопротивления пленок Al/Ag от температуры в процессе нагрева (атомное соотношение Al:Ag=1:3).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 18-13-00080).

Список литературы:

- [1] Р.Р. Алтунин, Е.Т. Моисеенко, С.М. Жарков, *Физика Твёрдого Тела*, **62**, 621 (2020).

Микрорельеф разрушения образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом селективного лазерного сплавления и испытанных на растяжение

Перминова Ю.С., Басков Ф.А., Афонин А.В.

АО «Композит», г. Королев, Россия

e-mail: info@kompozit-my.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.70.85.018

Анализ микрорельефа изломов является инструментом выяснения характера разрушения, что играет важную роль в оценке качества материала.

Исследованы изломы цилиндрических образцов из никелевого дисперсионно упрочняемого сплава ЭП741НП, полученных селективным лазерным сплавлением (СЛС), после испытания на растяжение при комнатной температуре. Фотографии микрорельефа изломов сплава в трех состояниях (после СЛС, после последующего горячего изостатического прессования (ГИП), после дополнительной термической обработки (ТО) получены на сканирующем электронном микроскопе Jeol MR6610-LV, позволяющем, благодаря большой глубине фокуса и высокой разрешающей способности, проводить качественную интерпретацию излома, представлены на рисунке 1.

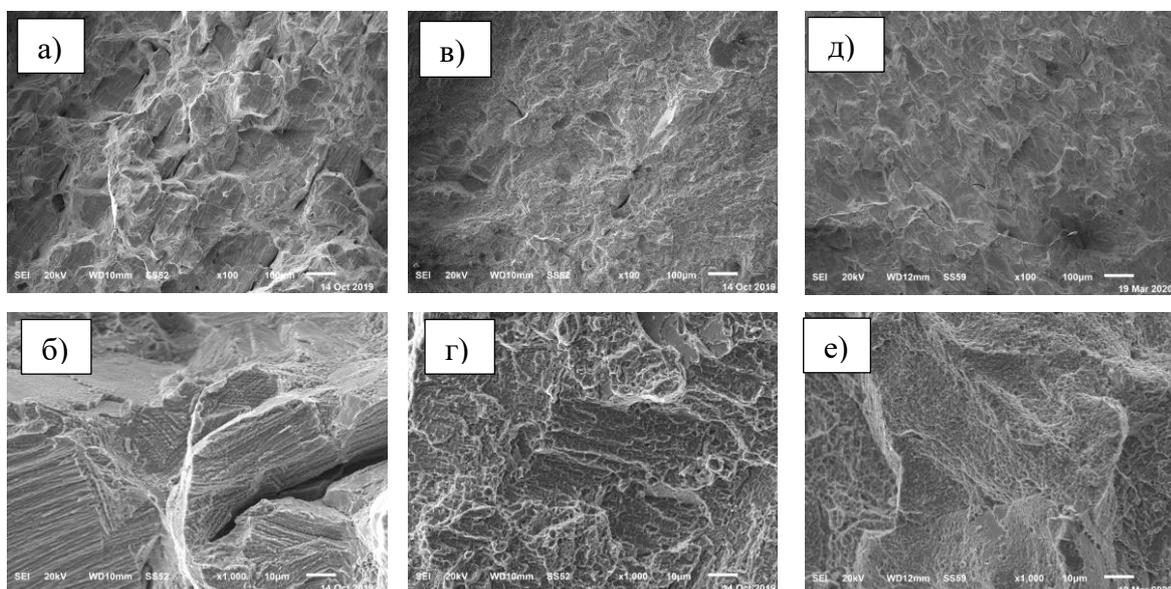


Рис. 1. “Фрактограммы образцов сплава ЭП741НП после испытаний на растяжение в 3 состояниях (а, б – после СЛС; в, г – после СЛС+ГИП; д, е – после СЛС+ГИП+ТО)”

Обнаружены следующие особенности микрорельефа разрушения: после селективного лазерного сплавления (рис.1а,б), характер излома вязко-хрупкий. На фрактограммах данных образцов наряду с ячеистой, характерной для вязких материалов, структурой, наблюдаются сколы, что говорит о хрупком разрушении, также в изломе обнаружены поры. Излом образцов после ГИП, представленный на рисунках 1в, г, а также образцов после ГИП и последующей термической обработки (рис. 1 д, е) - вязкий с микроямочным строением. Пористость в данном случае значительно меньше.

Особенности рассмотренных микрорельефов согласуются данными по механическим свойствам, полученными после испытаний на растяжение при комнатной температуре (табл.1).

Таблица 1 - Результаты испытаний образцов сплава ЭП741НП по ГОСТ 1497-84 ($T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Состояние образца	Предел прочности σ_b , МПа	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение δ , %	Относительное сужение ψ , %
СЛС	1036	840	8,2	11,4
СЛС + ГИП	1227	802	24,3	17,4
СЛС + ГИП +ТО	1465	1027	22,3	16,1

Таким образом, увеличение механических свойств происходит в следствие устранения дефектов (пор и трещин, образованных при СЛС) с помощью горячего изостатического прессования и термической обработки, что подтверждается изменением характера разрушения образцов в трех состояниях.

Список литературы:

- [1] ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. Введ. 01.01.1986. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 1986 – 24 с.
- [2] Феллоуз Дж.) Фрактография и атлас фрактограмм Справочное издание/ Перевод с англ. Шур Е.А. под ред. Бернштейна М.Л. - М.: Металлургия, 1982. - 489 с.

Исследование процесса магнетронного осаждения слоев цинка с развитой удельной поверхностью

Асваров А.Ш.^{1,2}, Каневский В.М.¹, Муслимов А.Э.¹, Буташин А.В.¹, Алиев М.А.²

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

²Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского Федерального исследовательского центра РАН
e-mail: abil-as@list.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.14.70.019

В настоящее время ультрафиолетовая (УФ) фотоэлектроника является интенсивно развивающимся и расширяющимся направлением материаловедения и приборостроения [1-3], что делает актуальной задачу поиска новых и недорогих УФ-чувствительных материалов [4, 5]. Одним из наиболее перспективных материалов для изготовления УФ чувствительных приборов является оксид цинка. Высокий потенциал этого материала в оптоэлектронной промышленности связан с такими свойствами, как высокая радиационная стойкость, большая подвижность электронов, размер запрещенной зоны (3,37 эВ при комнатной температуре). Кроме того, сильное влияние поверхностных состояний ZnO на его электрофизические параметры, а также относительная простота технологий формирования тонких наноструктурных пленок и массивов упорядоченных и неупорядоченных микро- и наноструктур на основе ZnO с аномально развитой поверхностью, делают оксид цинка одним из основных материалов для активного слоя УФ и газовых датчиков [6].

На наш взгляд, достаточно простым, но хорошо контролируемым методом получения нанокристаллического слоя ZnO с развитой поверхностью является двухстадийный способ, заключающийся в предварительном нанесении на подложку рыхлых осадков цинка и последующем окислении этой пленки в кислородсодержащей атмосфере.

Предварительные опыты по осаждению рыхлых осадков цинка показали, что при магнетронном синтезе слоев цинка в условиях, способствующих агрегации распыленного цинка в газовой фазе, на подложках формируются рыхлые рентгеноаморфные слои цинка с коралловидной структурой и развитой удельной поверхностью.

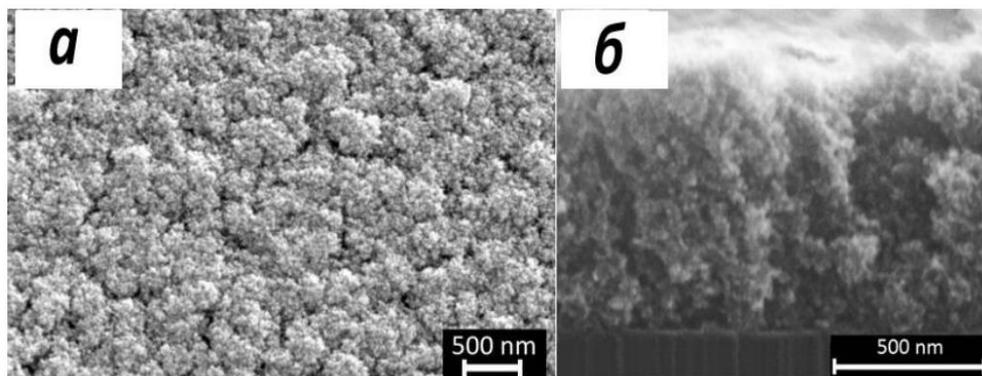


Рис.1. Поверхность и поперечный скол ренгеноаморфного слоя цинка

В докладе будут представлены результаты оптимизации условий получения рыхлых металлических осадков с аномально развитой поверхностью. Будут также представлены результаты исследования влияние химического состава потока реагентов, формируемого при сораспылении двух мишеней (Zn и другой металл) на морфологию и микроструктуру формируемых металлических слоев.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (проект № [20-02-00373_A](#)).

Список литературы:

- [1] S. Boscarino, S. Filice, A. Sciuto, S. Libertino, M. Scuderi, C. Galati, and S. Scalese, *Nanomaterials*, **9**, 1099 (2019).
- [2] Q. Xu, L. Cheng, L. Meng, Z. Wang, S. Bai, X. Tian, X. Jia, and Y. Qin, *ACS Applied Materials and Interfaces*, **11**(29), 26127 (2019).
- [3] D. Thomas, J. Prakash, K.K. Sadasivuni, K. Deshmukh, and A.J. Edakkara, *Journal of Electronic Materials*, **48**(7), 4726 (2019).
- [4] X. Zhou, D. Yang, D. Ma, et al., *Adv. Funct. Mater.*, **26**, 6619 (2016).
- [5] Y. Zou, Y. Zhang, Y. Hu, and H. Gu, *Sensors*, **18**, 2072 (2018).
- [6] T.-J. Hsueh, and C.-L. Hsu, *Sensors and Actuators B*, **131**, 572 (2008).
- [7] A.Kh. Abduev, A.K. Akhmedov, A.Sh. Asvarov, et al., *Crystallography Reports*, **62**, 133 (2017).

СЭМ исследование композитных аэрогелей на основе политетрафторэтилена и восстановленного оксида графена

Дрёмова Н.Н., Баскаков С.А., Шульга Ю.М.

*Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Московская область, 142432, Россия
e-mail: corresponding_author@email.com*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.88.54.020

В работе [1] сообщали об успешном синтезе аэрогеля на основе политетрафторэтилена (70%) и оксида графена. После восстановления гидразином и отжига при 370 °С аэрогель с удельным весом примерно 30 мг/см³ стал супергидрофобным. Контактный угол смачивания (contact wetting angle или CWA) по воде для некоторых поверхностей аэрогеля достигал значения 170 градусов [2]. В соответствии с параметром абсорбционной емкости Q_w $\{Q_w = 100 \times (W_m - W_d) / W_d$, где W_d - масса сухого аэрогеля, а W_m - максимальная масса аэрогеля с растворителем}, полученный материал показывает различное поведение в отношении таких растворителей, как изопропанол ($Q_w = 2361$) и 1,2-дихлорбензол ($Q_w = 254$). Эта разница становится еще более очевидной с точки зрения объема адсорбированного растворителя, который можно описать параметром Q_v $\{Q_v = 100 \times V_a / V_0$, где V_0 - объем исходного аэрогеля, V_a - объем растворителя, сорбированного аэрогелем}. Значения Q_v равны 95,9 и 6,2 для изопропанола и 1,2-дихлорбензола соответственно.

Естественно возникает вопрос о свойствах пористой структуры и гидрофобно-гидрофильных свойствах аэрогелей этого типа. Распределение пор по размерам измеряли методом стандартной контактной порометрии в с октаном и водой в качестве рабочих жидкостей [2]. Было обнаружено, что смачиваемость мелких пор водой выше, чем у октана. Внутренняя гидрофильность обусловлена «набуханием» гидратированных групп –СО и –СОН, наличие которых было подтверждено ИК- и РФЭС-спектроскопией. Таким образом, аэрогели имеют наружную поверхность супергидрофобную, а внутреннюю поверхность супергидрофильную.

Электровосстановление кислорода в аэрогелях изучалось так же, как и в газодиффузионном электроде топливных элементов [3]. Для платинированных аэрогелей (14 мг см⁻²) кривые электровосстановления показали, что предельные диффузионные токи значительно выше, чем для стандартного катализатора Pt (20%) / Vulcan XC-72 из-за супергидрофобных свойств поверхности аэрогелей.

В настоящем сообщении мы приводим результаты исследования гранулированных аэрогелей состава политетрафторэтилен (50%) и оксид графена (50%), которые являются удобной формой для последующего приготовления электродов.

На рис. 1А показана фотография гранул аэрогеля. Мы видим, что полученные нами гранулы имеют форму, близкую к форме овального полушария. Сразу отметим, что капля гидрогеля разбивается на 2 примерно

равные половины при замерзании. Микрофотографии поверхности раскола одной гранул аэрогеля показаны на рис. 1В, С и D. Видно, что на разных участках поверхности раскола внутренние пустоты имеют разный размер. Взаимное расположение стенок каркаса формирует очень сложную структуру, которая также различается для разных участков.

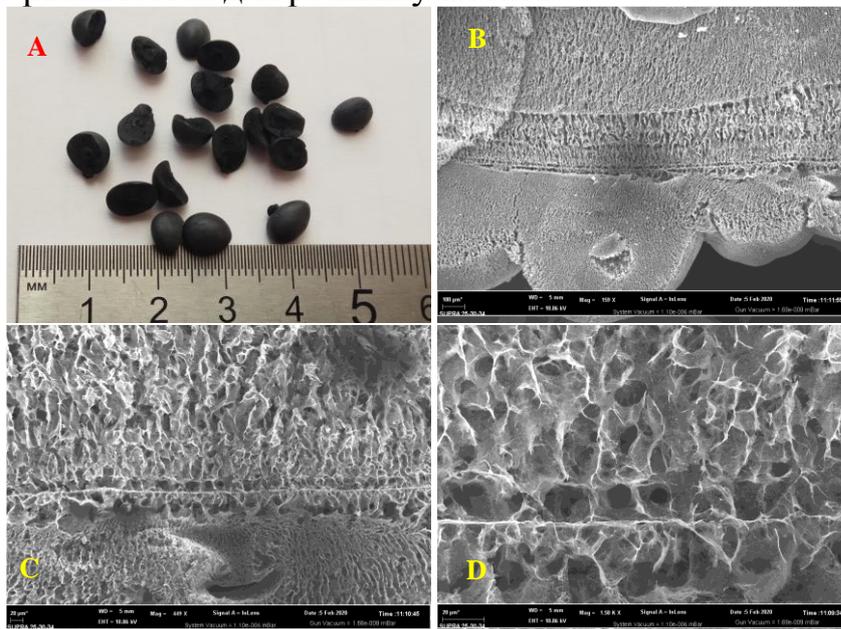


Рис.1. А - Фотография гранул аэрогеля. В, С и D - микрофотографии с различным увеличением поверхности раскола аэрогелевой гранулы

Микрофотографии более гладкой и однородной шаровой поверхности гранул будут представлены непосредственно в докладе. Там же будут показаны фотографии платинированных электродов топливных элементов, где в качестве подложки использовали исследуемый аэрогель.

Работа, описанная в данном документе, выполнялась в рамках государственных задач Российской Федерации (регистрационный номер 0089-2019-0012) с использованием оборудования АЦКП ИПХФ РАН.

Список литературы:

- [1] S.A. Baskakov, Y.V. Baskakova, E.N. Kabachkov, N.N. Dremova, A. Michtchenko, and Y.M. Shulga, *ACS Applied Materials & Interfaces*, **11**, 32517 (2019).
- [2] Y.M. Volkovich, V.E. Sosenkin, N.A. Mayorova, A.Y. Rychagov, S.A. Baskakov, E.N. Kabachkov, V.I. Korepanov, N.N. Dremova, Y.V. Baskakova, and Y.M. Shulga *ACS Applied Materials & Interfaces*, (in press).
- [3] N.A. Mayorova, Y.M. Volkovich, V.E. Sosenkin, S.A. Baskakov, N.N. Dremova, D.V. Schur, and Y.M. Shulga, *IJHE*, (in press).

Электронно-микроскопическое изучение наночастиц β - NaYF_4 , полученных методом высокоэнергетического помола

Кошелев А.В., Ивановская Н.А., Хайдуков Е.В., Архарова Н.А., Каримов Д.Н.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский проспект, 59, Москва, Россия
e-mail: koshelevsan4es@yandex.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.51.97.021

Апконвертирующие наночастицы β - NaYF_4 , легированные парами редкоземельных ионов $\text{Yb}^{3+}/\text{Tm}^{3+}$ или $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$, способные эффективно преобразовывать фотоны ИК-диапазона в УФ- и видимое излучение, в настоящее время находят широкое применение в солнечной энергетике, фотонике, биомедицине и биоимиджинге, антиконтрафактной сфере и т.д. [1-4].

Современные методы получения наночастиц, основанные на подходе «снизу-вверх» имеют сравнительно невысокую производительность: фазовый состав, размер, морфология синтезированных наночастиц слабо контролируются. В связи с этим, важной задачей является разработка новых подходов к массовому получению нанокристаллов. Одним из них является полноценный подход «сверху-вниз», который реализует получение наночастиц из объемных материалов путем его механического помола. Данный подход позволяет получать наноразмерные частицы в больших масштабах, регулируя размер варьированием продолжительности помола и его интенсивности.

В данной работе были исследованы частицы, полученные методом высокоэнергетического помола объемного поликристаллического композита состава $\text{Na}_{0.5}\text{Y}_{0.4}\text{Yb}_{0.09}\text{Er}_{0.01}\text{F}_2$, полученного из расплава. Композит имел гексагональную кристаллическую структуру (пр. гр. $R\bar{6}_3/m$) с параметрами решетки $a = 5.952(1)$, $c = 3.525(1)$ Å. Помол производился в планетарной шаровой мельнице РМ-200 (Retsch, Германия) при частоте вращения 600 об/мин в стакане объемом 50 мл в присутствии 3 шаров из хромированной стали диаметром 20 мм. Было получено 6 образцов с различной продолжительностью помола: 1, 1.5, 2, 2.5, 4 и 16 часов соответственно. Морфология, размер и структура полученных наночастиц β - $\text{NaYF}_4:\text{Yb}^{3+},\text{Er}^{3+}$ были исследованы методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии.

Результаты микроскопического исследования показали, что увеличение продолжительности помола в диапазоне 1- 16 часов образца приводит к уменьшению размера получаемых частиц с 0.5 мкм до 20 нм. Фазовая структура частиц, полученных в процессе помола, идентична структуре объемного композита, что было подтверждено методом электронной дифракции. ПЭМ- и ВРЭМ-изображения наночастиц, полученных в процессе 16-часового помола представлены на рис. 1. Была установлена корреляционная зависимость скорости осаждения фракций наночастиц, полученных при различных временах помола, в неполярном растворителе (гексане).

Таким образом, методами электронной микроскопии показано, что подход «сверху-вниз», реализованный в методе высокоэнергетического помола, позволяет получать наноразмерные частицы $\beta\text{-NaYF}_4:\text{Yb}^{3+},\text{Er}^{3+}$.

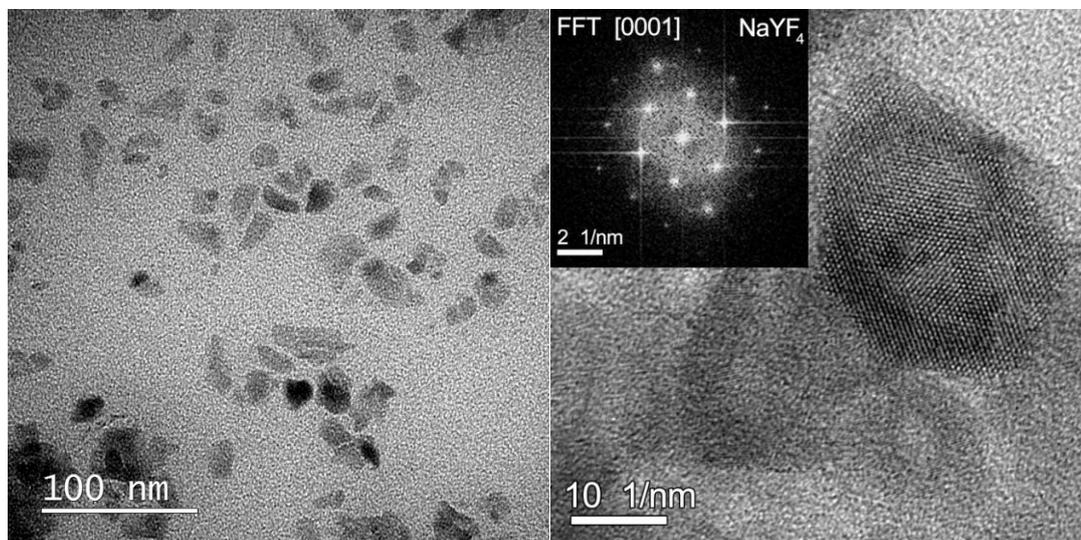


Рис.1. ПЭМ-изображение наночастиц $\beta\text{-NaYF}_4:\text{Yb}^{3+}, \text{Er}^{3+}$ после высокоэнергетического помола ($t = 16$ ч.), ВРЭМ-изображение и дифрактограмма от отдельной наночастицы вдоль оси $[0001]$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-02-00877).

Список литературы:

- [1] A. Generalova, B. Chichkov, E. Khaydukov, *Advances in colloid and interface science*, 245. 1–19 (2017).
- [2] J. Zhang, F. Dumur, P. Xiao et al., *Macromolecules*, 48, № 7, 2054–2063 (2015).
- [3] W. Qin, D. Zhang, D. Zhao et al., *Chemical communications*, 46, № 13, 2304–2306 (2010).
- [4] J. Meruga, W. Cross, P. May et al., *Nanotechnology*, 23, №. 39, 395201 (2012).

Электронная микроскопия в изучении процессов твердофазного синтеза пленок ферритов никеля

Муслимов А.Э., Буташин А.В., Асваров А.Ш., Григорьев Ю.В., Каневский В.М.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», Москва, Россия
e-mail: amuslimov@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.23.41.022

В последнее время возрос интерес к исследованию пленок ферритов кобальта и никеля в связи с обнаружением уникальных магнитных свойств в деформированном состоянии. Так можно получить экстремально высокое значение коэрцитивного поля и конфигурацию «легкая ось» в напряженных нестехиометрических пленках CoFe_2O_4 ориентации (311) [1]. Одним из способов получения пленок в напряженном состоянии является твердофазная эпитаксия в атмосферных условиях, включающая в себя окисление металлических пленок с последующей рекристаллизацией.

Синтез магнитных пленок ферритов никеля проводили в несколько этапов. Первоначально на сверхгладкие сапфировые подложки ориентации (0001) наносили чередующиеся слои Al-Ni-Fe (рис. 1); вакуум в камере в процессе напыления был не хуже $8 \cdot 10^{-7}$ мбар. После этого полученные композитные пленки металлов на сапфире отжигали на воздухе при температуре 750°C в течение 5 часов. Температура отжига определялась с учетом субсолидусных фазовых равновесий в системах Ni-Fe-O [2]. Структурный, фазовый, элементный и морфологический анализ полученных пленок проводили методами рентгеновской дифракции, просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с использованием рентгеновского энергодисперсионного спектрометра (ЭДС) и растровой электронной микроскопии (РЭМ).

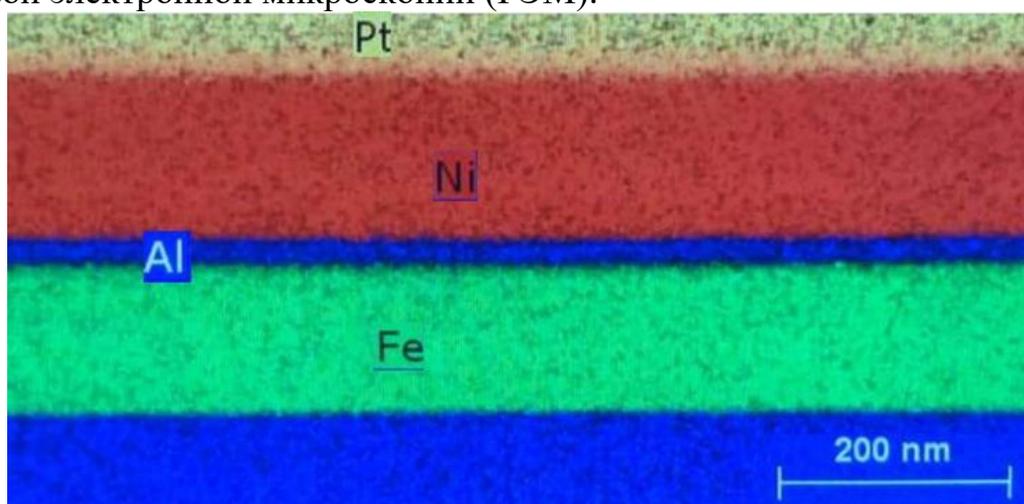


Рис. 1. ЭДС карта распределения элементного состава первичных металлических пленок Al, Ni и Fe после напыления на сапфировую подложку ориентации (0001)

Отжиг металлического композита Al-Ni-Fe на сапфировой подложке на воздухе при 750°C приводит к значительным морфологическим изменениям в пленке (рис. 2): перемещению основной массы железа в направлении «от подложки» и образованию каверн, при том, что положение слоя алюминия остается практически неизменным. Наблюдаемая картина может быть объяснена значительной разницей в степени сродства этих металлов к кислороду, которая увеличивается в ряду Ni-Fe-Al, а также существенными различиями в плотности металлического железа и оксидов железа.

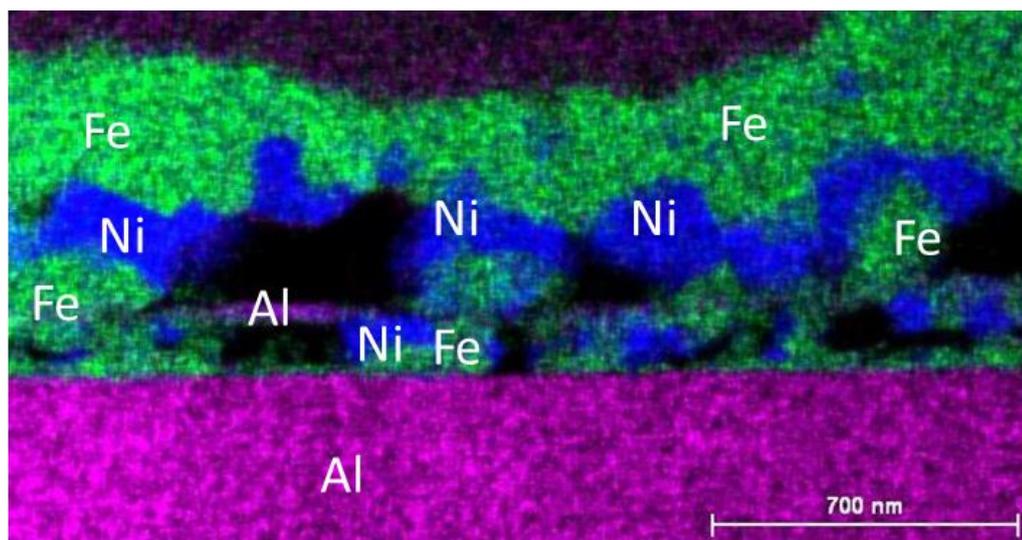


Рис. 2. ЭДС карта распределения элементного состава от композитов Al-Ni-Fe/сапфир поле отжига на воздухе 750°C в течение 5 часов

Полученные результаты определенно указывают на то, что для синтеза таким методом более однородных по составу и однофазных пленок ферритов никеля для магнитных применений, целесообразно первоначально наносить тонкие чередующиеся слои металлов Al-Ni-Fe, например 10÷30 слоев толщиной 1÷2 нм, как это было сделано в работе [3].

Работа была поддержана РФФИ (грант № 18-02-00515 а) и выполнена с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Список литературы

- [1] S. Sagar, L. Xiaoxi., Y. Yukiko., L. Sean., M. Akimitsu. Scientific Reports, **6**, 30074 (2016).
- [2] M.A. Rhamdhani, P.C. Hayes, E. Jak. Metallurgical and Materials Transactions B, Process Metallurgy and Materials Processing Science. **39**. 690 (2008).
- [3] А.Э. Муслимов, А.В. Буташии, В.М. Каневский. Письма в ЖТФ, **44**, 57(2018).

ПЭМ исследование структуры полуполярных слоёв GaN, полученных на нанопрофилированных Si(001) подложках с использованием промежуточного слоя SiC

Мясоедов А.В., Берт А.Н., Бессолов В.Н.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, ул. Политехническая 26, Санкт-Петербург
e-mail: amyasoe dov88@gmail.com

DOI: 10.37795/RCEM.2020.29.35.023

Синтез полуполярных слоёв GaN на кремниевых подложках с ориентацией (001) является одной из актуальных проблем, решение которой откроет возможность интеграции приборов на основе III-нитридов в кремниевую электронику.

В работе приводятся результаты ПЭМ исследования структурного состояния слоев GaN, полученных методом эпитаксии из металлоорганических соединений (ГФЭМОС) при $T_s = 1025$ °C на подложках Si(001)±0.5°, на поверхности которых по технологии Wostec [1] был сформирован треугольный профиль высотой 70 nm с периодом 90 nm вдоль направления $[1\bar{1}0]$ (NP-Si(001)). Вершины профиля с одной стороны были дополнительно покрыты аморфной пленкой Si_xN_y , толщиной 10 nm. При такой геометрии профиля поверхность преимущественно состоит из фасеток (111) и $(\bar{1}\bar{1}1)$, которые должны задавать ориентацию растущего слоя GaN.

Исследовалось структурное состояние слоев GaN, выращенных на подложках NP-Si(001) с буферным слоем кубического 3C-SiC, синтезированным методом топохимического замещения [2] и без него. ПЭМ исследование выполнено на электронном микроскопе Philips EM420 при ускоряющем напряжении 100 kV. Образцы были приготовлены каждый в двух ортогональных сечениях (110) и $(1\bar{1}0)$ подложки Si по стандартной процедуре утонения, включающей предварительную механическую шлифовку-полировку и финишное ионное распыление.

На Рис. 1 приведены ПЭМ изображения исследуемых структур: *a*, *b* – двух взаимно ортогональных сечений структуры GaN/SiC/NP-Si(001) и *c* – поперечного сечения структуры GaN/NP-Si(001) с ориентацией нанорофия вдоль электронного пучка. Для обоих типов структур установлено, что выращенные слои GaN обладают неоднородной толщиной в обоих сечениях и характеризуются грубой морфологией поверхности. Слои состоят из полуполярных зёрен, имеющих преимущественно одну ориентацию. Наличие зёрен различной направленности с соотношениями $[0001]_{\text{GaN}} \parallel \langle 111 \rangle_{\text{Si}}$ обусловлено симметрией 4-го порядка Si(001) подложки [3].

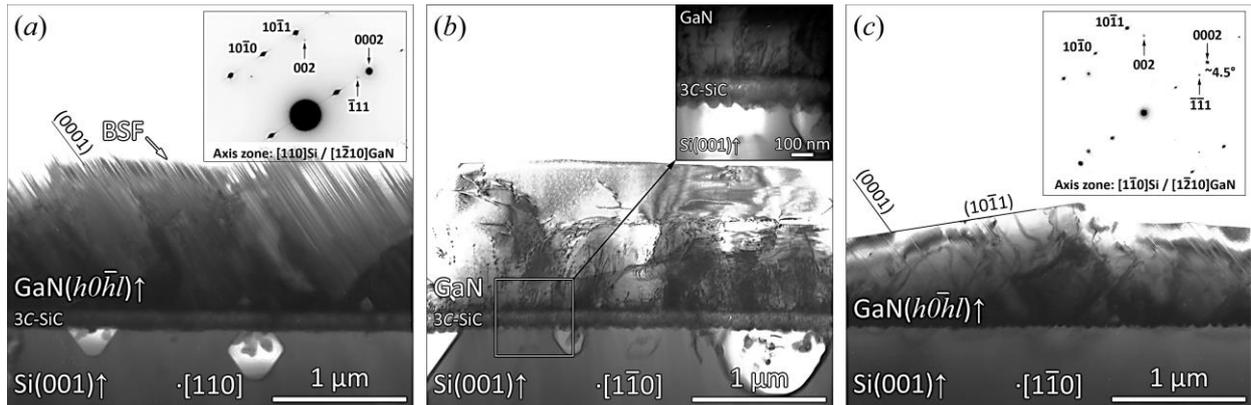


Рис.1. ПЭМ изображения поперечных сечений образцов: а, б – GaN/SiC/Si, ориентированных вдоль направлений $[110]$ и $[1\bar{1}0]$, соответственно; и с – GaN/Si, ориентированном вдоль направление $[1\bar{1}0]$. На вставках приведены картины микродифракции соответствующих областей.

Анализ ПЭМ изображений и соответствующих картин микродифракции показал, что для структуры GaN/SiC/NP-Si(001) выполняются следующие ориентационные соотношения: $[0001]_{\text{GaN}} \parallel [\bar{1}\bar{1}1]_{\text{SiC}} \parallel [\bar{1}\bar{1}1]_{\text{Si}}$. Слой характеризуется высокой плотностью дефектов упаковки в базисной плоскости (обозначение – BSF на Рис. 1а), свойственных выращиванию III-нитридов полярной и неполярной ориентации. Аналогичный анализ для GaN/NP-Si(001) структуры выявил отклонение направления $[0001]_{\text{GaN}}$ от Si $[\bar{1}\bar{1}1]$ на угол $\sim 4.5^\circ$ (см. вставку микродифракции на Рис. 1с).

Таким образом, показано, что при использовании подложки NP-Si(001) полуполярная ориентация слоя GaN, полученного методом ГФЭМОС, определяется нанопрофилированной поверхностью кремниевой подложки с преимущественной ориентацией оси $[0001]$ GaN вдоль нормали к фасеткам $(\bar{1}\bar{1}1)$. Нанесение на подложку NP-Si(001) буферного слоя SiC нивелирует влияние нанопрофилирования, и рост полуполярного GaN обусловлен другими факторами.

Один из авторов (А.В.М.) благодарит Совет по грантам Президента Российской Федерации за поддержку.

Список литературы:

- [1] V.K. Smirnov, et. al., *Nanotechnology*, **14**, 7, 709-715, 2003.
- [2] S.A. Kukushkin and A.V. Osipov, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Engin.*, **387**, 012044, 2018.
- [3] F. Schulze, A. Dadgar, J. Biasing, and A. Krost, *J. Cryst. Growth*, **272**, 496, 2004.

Взаимодействие никеля с протяженными дефектами в кремнии при комнатной температуре

Орлов В.И.^{1,2}, Солтанович О.А.¹, Ярыкин Н.А.¹, Якимов Е.Б.¹

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Российская Федерация*

² *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Российская Федерация*
e-mail: orlov@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.83.12.024

Известно, что дислокации и дислокационные следы являются местами предпочтительной преципитации металлов в пластинах кремнии. Процесс преципитации металлов (Ni, Cu, Fe, и т. д.) обычно исследовался как результат высокотемпературной диффузии ($>500^{\circ}\text{C}$) с последующей закалкой образцов. В то же время известно, что коэффициенты диффузии меди и никеля столь высоки, что указанные металлы могут диффундировать в кремнии и при комнатной температуре. Действительно, существенное изменение удельного сопротивления легированных бором пластин кремния наблюдалось в процессе химико-механической полировки в стандартной суспензии при комнатной температуре. Это явление связывалось с проникновением меди, присутствующей в суспензии, и формированием электрически неактивных Cu-B пар. Недавно было показано, что химико-механическая полировка в загрязненной Ni суспензии способствует его проникновению в объем пластин кремния.

В нашей работе методами тока, индуцированного электронным (EBIC) или оптическим (LBIC) пучками, и DLTS исследовано изменение рекомбинационных свойств индивидуальных дислокаций и дислокационных следов в результате химико-механической полировки (ХМП) при комнатной температуре.

В работе использовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния p- и n-типа, выращенные методом Чохральского. Образцы имели форму прямоугольных призм размером $30 \times 4 \times 0.7$ мм³. Индивидуальные дислокации вводились на поверхности (100) от концентраторов напряжений (уколы алмазного индентора). Деформация осуществлялась методом четырехопорного изгиба вокруг оси [110] при температуре 873 К.

Исследования методом EBIC проводились на электронном микроскопе JSM 840 фирмы Jeol при комнатной температуре, энергии пучка 35 кэВ и токе пучка порядка 10^{-10} А. Для получения изображения LBIC использовался лазер с длиной волны 980 нм и мощностью 10 мВт.

На Рис. 1(а) показаны EBIC изображения пластически деформированного кремния в режиме наведенного тока сразу после деформации, полученные на стороне сжатия. Белыми стрелками указан контраст, связанный с дислокациями, выходящими на поверхность наблюдения. Черными - контраст, связанный с дислокационными следами. Контраст дислокаций в режиме НТ, как правило, не превышал 1%, а контраст следов варьировался для различных дислокационных полупетель в диапазоне от 1 до 3.5%.

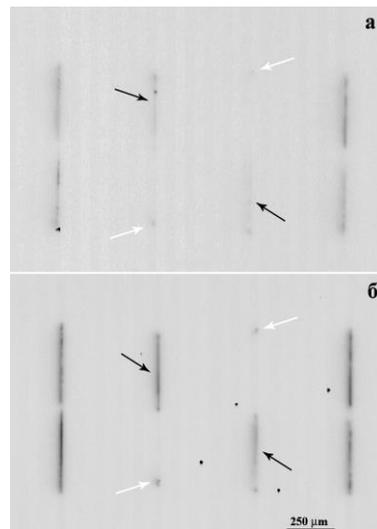


Рис. 1. EBIC изображение образца с дислокациями до (а) и после введения никеля.

При использовании разбавленного в 20% растворе КОН (1:10) раствора для химико-механической полировки, не загрязненного Ni, никаких изменений рекомбинационного контраста, ни дислокаций, ни дислокационных следов не наблюдалось (в пределах точности наших измерений). Однако добавление Ni в раствор для химико-механической полировки приводило к существенному (в 4-10 раз) изменению контраста (Рис. 1(б)) как дислокаций, так и дислокационных следов. Соотношение значений контраста до и после загрязнения Ni для дислокаций и дислокационных следов близки, хотя можно заметить, что для дислокационных следов изменения, как правило, несколько больше. Использование меди в качестве загрязняющей примеси не приводило к изменению величины контраста ни дислокаций, ни дислокационных следов.

В деформированных образцах выявлено различие в спектрах DLTS между сжатой и растянутой сторонами, что объясняется разным вкладом следов за дислокациями. После введения Ni концентрация глубоких центров возрастает в n-Si почти на порядок, а в p-Si в 1.5-2 раза. При этом в n-Si концентрация превышала 10^{13}см^{-3} при плотности дислокаций порядка 10^6см^{-2} . Интересно отметить, что спектр DLTS в n-Si был подобен наблюдавшемуся после высокотемпературной диффузии никеля, что может свидетельствовать об образовании precipitates Ni на протяженных дефектах даже при комнатной температуре.

Комплексный подход к исследованию структуры тонкой пленки NbN_x в многослойной системе $Si/SiO_2/HfO_2/NbN_x$

Сиротина А.П., Першина Е.А., Шибалов М.В., Порохов Н.В.,
Белов В.С., Мумляков А.М. и Тархов М.А.

*Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, г. Москва, Россия
e-mail: ansipe@mail.ru*

DOI: 10.37795/RCEM.2020.95.88.025

В настоящее время тонкопленочные материалы являются основой многих функциональных устройств различного назначения. Одним из таких материалов является нитрид ниобия (NbN), который помимо всего является сверхпроводником с критической температурой перехода в сверхпроводящее состояние ~ 16 К при толщине пленок в несколько нанометров [1]. Нитрид ниобия можно считать основой современной криоэлектроники. В ряде задач требуется проводить осаждение нитрида ниобия на подложки из диэлектриков с высокой диэлектрической постоянной (high-k). Одним из таких материалов является оксид гафния.

В данной работе в качестве объектов исследования была взята пленка NbN_x (≈ 30 нм), полученная при помощи метода реактивного магнетронного распыления при температуре 300°C , нанесенная на структуру $Si/SiO_2/HfO_2$ (≈ 30 нм). Основным интересом данной работы заключался в изучении структуры тонкой пленки NbN_x . Такие данные необходимы для того, чтобы впоследствии установить корреляцию полученной структуры тонкой пленки нитрида ниобия и влияние подслоя оксида гафния на сверхпроводящие свойства. Исследование выбранного материала в данной работе проводилось при помощи методов рентгенофазового анализа (РФА), а также просвечивающей и высокоразрешающей электронной микроскопии (ПЭМ и ВРПЭМ соответственно) и Оже-электронной спектроскопии (ОЭС).

Для определения состава тонкой пленки NbN_x были проведены исследования методом ОЭС. Особенностью исследования стало нивелирование эффекта преимущественного распыления с помощью использования стандартного образца NbN , для которого был определен поправочный коэффициент на преимущественное распыление. После введения данной поправки в ходе ОЭС-исследования был определен количественный состав пленки NbN_x с высокой точностью: $N/Nb=46.0\pm 0.4/53.0\pm 0.4$, что соответствует стехиометрии пленки $NbN_{0.85-0.88}$. Количество примесей в пленке менее 1 ат.%. Данные РФА показали наличие в слое NbN_x кристаллической фазы с малым размером частиц ($\approx 5-7$ нм). Из аппроксимации соответствующих рентгеновских спектров установлено, что основная фаза (более 85 вес.%) может быть описана как фазой $\delta-NbN_{0.9}$ (Fm-3m, PDF2 01-071-0300) с рассчитанным параметром

решетки $a = 4.35 \text{ \AA}$, так и фазой $\gamma\text{-NbN}_{0.85}$ (I4/mmm, PDF2 01-089-6041) с параметрами $a = b = 4.33 \text{ \AA}$, $c = 8.71 \text{ \AA}$. Точность определения параметра решетки является невысокой в связи с большой полушириной рефлексов из-за малого размера кристаллитов и наличия внутренних напряжений ($\approx 1\%$). По результатам ПЭМ пленка является однофазной и поликристаллической с размером кристаллитов около 5-6 нм. Экспериментальные значения параметров решетки, полученные для слоя NbN_x , наиболее близки к значениям нескольких кристаллических фаз системы Nb-N: NbN (Fm-3m, PDF2 00-034-0104), $\text{NbN}_{0.85}$ (I4/mmm, PDF2 00-089-6041) и $\text{NbN}_{0.844}$ (Fm-3m, PDF2 01-089-6042). Подробный анализ Фурье-преобразований решетки отдельных нанокристаллов NbN_x показал, что экспериментальная элементарная ячейка имеет искажение неодинаковое по основным кристаллографическим осям по отношению к вышеприведенным табличным ячейкам. Из полученных данных следует, что при напылении слоя NbN_x методом реактивного магнетронного распыления на многослойную структуру Si/SiO₂/HfO₂ пленка NbN_x состоит более чем на 85 вес.% из нанофазы состава $\text{NbN}_{0.85-0.88}$ с искаженной кубической решеткой и с внутренними напряжениями равными $\approx 1\%$. Наличие искажений и внутренних напряжений может быть объяснено особенностями магнетронного распыления пленки NbN при низкой температуре (300°C), в результате которого образуется значительное количество вакансий азота [2].

Таким образом, использование комплексного подхода к исследованию многослойной системы, основанного на комбинировании метода ОЭС со структурными методами исследования (ПЭМ, ВРЭМ и РФА), позволяет получить информацию не только о морфологии и структуре пленок, но и о их фазовом составе, что в дальнейшем позволит контролировать сверхпроводящие свойства тонкой пленки NbN_x .

Данная работа частично выполнена при поддержке Министерства науки РФ № 0004-2019-0004.

Список литературы:

- [1] Y. M. Shy, L. E. Toth, R. Somasundaram, *Journal of Applied Physics*, 44, №12, 5539-5545 (1973).
- [2] P. Panjan, B. Navinšek, A. Žabkar, V. Marinković, D. Mandrino, J. Fišer, *Thin Solid Films*, 228, №1-2, 233-237(1993).

Кристаллизация аморфных сплавов системы Co-Fe-V в зависимости от легирующего компонента

Волков Н.А., Абросимова Г.Е., Аронин А.С.

Институт физики твердого тела РАН
e-mail: volkov@issp.ac.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.84.86.026

В настоящее время в промышленности широко используются сплавы на основе кобальта. Благодаря высоким магнитным характеристикам, они зарекомендовали себя в областях радио- и микроэлектроники. Также известно, что при формировании аморфно-нанокристаллической структуры в этих сплавах можно повысить намагниченность насыщения, уменьшить потери на перемагничивание и коэрцитивную силу [1-3]. Однако стандартными методами термообработки получить необходимую структуру невозможно. Для достижения нанокристаллической структуры в состав сплавов добавляется легирующий компонент, способствующий увеличению температуры кристаллизации. Известно, что добавление различного содержания легирующего компонента приводит к изменению образующейся структуры [4]. Поэтому целью данного исследования было определить влияние типа легирующего компонента на образующуюся структуру сплавов системы Co-Fe-V при одинаковой концентрации легирующего компонента.

Исследовалась группа сплавов Co-Fe-V с легирующими компонентами Ti и Nb. Данные элементы были отобраны из-за их относительно больших атомных радиусов (1.448 и 1.429 соответственно) по сравнению с другими компонентами, что способствует замедлению массопереноса вследствие меньших значений коэффициента диффузии. Методами изотермического отжига и сканирующей дифференциальной калориметрии аморфные ленты были частично закристаллизованы, после чего методом рентгенографии и электронной микроскопии исследована их структура. Было установлено, что после изотермического отжига при 550°C в течении 1 часа фазовый состав зависит от легирующего компонента. В сплаве $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Nb}_8\text{V}_{20}$ образуется структура с аморфной фазой и двумя кристаллическими: твердым раствором Co(Fe) и высокотемпературным кубическим Co. При замене легирующего компонента ниобия на титан в сплаве $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Ti}_8\text{V}_{20}$ структура состояла из аморфной фазы и трех кристаллических: Co(Fe), Co и Co_{23}V_6 . С помощью просвечивающей электронной микроскопии было установлено, что кристаллизация начиналась с выделения твердого раствора Co(Fe) с ОЦК структурой. Структура состояла из аморфной матрицы и хаотично расположенных кристаллов. Было обнаружено, что размер выделяющихся кристаллов в этих двух сплавах отличается в два раза. Из литературы известно, что данные фазы уже наблюдались ранее в сплавах на основе Co, но при меньших концентрациях Fe. Однако в данных сплавах основное влияние на структуру оказывает легирующий компонент. Казалось бы,

Nb имеет меньший атомный радиус по сравнению с Ti и кристаллизация с ним должна происходить быстрее, но при этом в сплаве образуется однофазная структура в отличие от сплава с Ti. Это свидетельствует о том, что, вероятно, в данном случае на кристаллизацию влияет не только коэффициенты диффузии и размеры атомов, но и подобие кристаллических решеток.

В ходе исследований установлено влияние легирующего компонента на кристаллизацию сплава системы Co-Fe-B.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичной поддержке РФФИ (проект 19-02-00406)

[1] R. Xiang, Sh. Zhou, B. Dong, G. Zhang, Z. Li, Y. Wang, Ch. Chang, Effect of Co addition on crystallization and magnetic properties of FeSiBPC alloys, Progr. In Natural Sci. Mater. Intern. 24, 649, 2014.

[2] R. Nowosielski, A. Zajdel, S. Lesz, B. Kostrubiec, Z. Stokłosa, Crystallization of amorphous $\text{Co}_{77}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{11.5}$ alloy, Archives of Mater. Sci. Eng. 28, 141-148, 2007.

[3] C.F. Conde, J.S. Blazquez, A. Conde, Nanocrystallization process of the HITREM Fe-Co-Nb-B alloys, in: B. Idzikowski (Ed.), Properties and Application of Nanocrystalline Alloys from amorphous Precursor, Kluwer Academic Publ., The Netherlands, pp.111-121, 2005.

[4] G.E. Abrosimova, N.A. Volkov, N.N. Orlova, A.S. Aronin, BCC nanocrystal formation in an amorphous Co-Si-B-Fe-Nb alloy on heating. Materials letters 219, 97-99, 2018.

Микроструктуры в тонких пленках системы Bi-Te , выявляемые просвечивающей электронной микроскопией

Колосов В. Ю., Юшков А. А.

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

DOI: 10.37795/RSEM.2020.95.10.027

Теллурид висмута Bi_2Te_3 в настоящее время рассматривается как перспективный термоэлектрик. Также активно исследуются свойства Bi_2Te_3 как топологического изолятора. Образцы градиентных нанотонких пленок Bi-Te были получены путем термического испарения Bi_2Te_3 в вакууме на покрытую аморфным углеродом подложку слюды с отделением в воде и помещением на сеточки для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Градиент толщины протяженностью до нескольких мкм создавался с помощью затеняющей пластинки, либо системы масок (с размерами окон 3 и 0,5 мм). Образцы исследовались на микроскопе JEM2100 в режимах светлого (СП) и темного полей (ТП) и электронной дифракции (ЭД) с анализом картин изгибных экстинкционных контуров (ИЭК).

В начале градиента пленка образует на углеродной подложке мелкокристаллическую островково-лабиринтную структуру, с размерами кристаллов от 5-20 нм до 10-25 нм. Вдоль градиента толщины был получен ряд кольцевых SAED, рефлексy которых соответствуют (согласно базе данных ASTM) межплоскостным расстояниям кристаллических фаз Bi_2Te_3 и Te , Рис. 1 а, б. С продвижением вдоль градиента, с ростом толщины пленка становится более однородной, в ней формируются кристаллы размером 0,1-0,5 мкм, границы которых различимы в режиме ТП, Рис. 1 б, в. По данным измерений в ТП, толщина пленки достигает 20-30 нм. В кристаллах наблюдаются ИЭК [1] и зонно-осевые картины (ЗОК). Согласно проиндицированным точечным микроэлектроннограммам (МЭГ) отдельных кристаллов, в них преобладают кристаллографические ориентировки, идентифицированные как [2-21], Рис. 1 д, ж, и [100], Рис. 1 е, з, фазы теллура. Часто встречающиеся ЗОК и ИЭК указывают на наличие сильного внутреннего изгиба кристаллической решетки в образцах. В ряде областей пленок были проведены измерения внутреннего изгиба кристаллической решетки по методу ИЭК [2], значения находятся в пределах от 50 до 150 град/мкм и характерны для кристаллизации тонких пленок из аморфного состояния [2].

Список литературы:

- [1] I. E. Bolotov and V. Yu. Kolosov, *Phys. stat. sol.*, **69a**, 85 (1982).
 - [2] V. Kolosov and A. Tholen, *Acta Materialia*, **48**, 1829 (2000).
- Работа поддержана грантами РФФИ (19-32-90255, 20-02-00906)

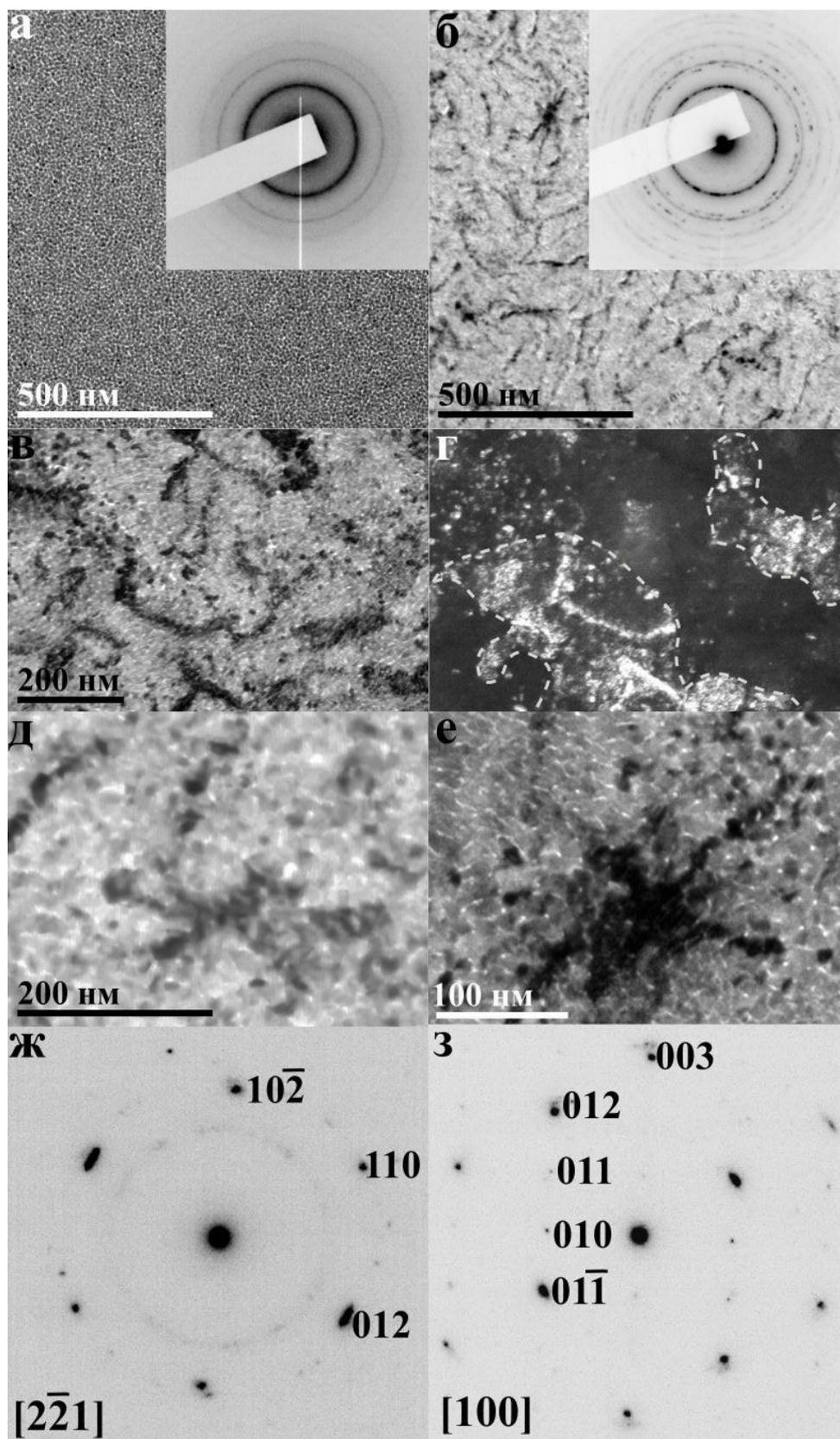


Рис. 1. ПЭМ пленки Bi_2Te_3 с соответствующей ЭД на врезках, в областях **а** - наименьшей и **б** - наибольшей толщины. ПЭМ кристаллов, содержащих ИЭК, **в** - в режиме СП, **г** - в режиме ТП (границы кристаллов намечены пунктиром). **д**, **е** - ЗОК в кристаллах, **ж**, **з** МЭГ от соответствующих участков с ЗОК.

Электронно-микроскопическое исследование сверхпроводящих оксидов системы Eu-Ba-Cu-O

Николайчик В.И.¹, Барковский Н.В.², Федотов В.К.²

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

²Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: nikola@iptm.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.73.45.028

Высокотемпературные сверхпроводящие оксиды системы Eu-Ba-Cu-O со структурой оксида $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$ (Eu-123), являющегося кристаллохимическим аналогом известного сверхпроводящего оксида $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+\delta}$ (Y-123) и имеющего близкое с Y-123 значение критической температуры $T_c=90$ К, привлекают внимание возможностью выращивания крупных сверхпроводящих кристаллов для систем магнитной левитации.

В данной работе проведено исследование картин электронной дифракции, катионного состава методом рентгеновского микроанализа и тонкой структуры методом высокого разрешения (ВРЭМ) образцов оксидов системы Eu-Ba-Cu-O, синтезированных для трех катионных составов исходных реагирующих компонентов Eu:Ba:Cu=1:2:3, 2:3:5 и 2:5:7. Исследовались образцы, полученные по двум процедурам твердофазного синтеза: 1) только высокотемпературный отжиг на воздухе (915-940°C); 2) высокотемпературный отжиг на воздухе и последующий низкотемпературный отжиг в кислороде (450°C). Образцы, синтезированные по второй процедуре, приобретали сверхпроводящие свойства.

Для электронно-микроскопического исследования образцы измельчались в ступке, и готовилась суспензия, содержащая частицы микронных размеров. Суспензия наносилась на тонкую углеродную пленку для анализа картин электронной дифракции и катионного состава и дырчатую углеродную пленку для исследования методом ВРЭМ. Аналитико-дифракционное исследование и исследование методом ВРЭМ проводились в просвечивающих электронных микроскопах JEM-2000FX и JEM-2100, соответственно.

Результаты исследований выявили, что в образцах всех составов присутствует фаза со структурой оксида Eu-123. Для образцов Eu:Ba:Cu=1:2:3 и 2:3:5 фаза со структурой оксида Eu-123 имеет состав близкий к исходному составу синтеза, т.е. 1:2:3 (Eu/Cu=0.333, Ba/Cu=0.667) и 2:3:5 (Eu/Cu=0.4, Ba/Cu=0.6), соответственно. Напротив, в образце 2:5:7 (Eu/Cu=0.286, Ba/Cu=0.714) фаза со структурой оксида Eu-123 имеет состав (Eu/Cu=0.333, Ba/Cu=0.70) отличный от исходного состава синтеза, что незначительно превышает содержание бария и соответствует содержанию европия в образце 1:2:3. Сохранение материального баланса в образце 2:5:7 обеспечивается присутствием в нем безевропиевой фазы переменного состава (Ba/Cu=0.8-0.9) со структурой BaCuO_2 .

Наблюдения картин электронной дифракции на частицах оксида Eu-123 во всех шести образцах (три состава, две процедуры синтеза) не выявило наличия сверхструктурных отражений в дополнении к основным отражениям пероскитовой ячейки Eu-123 .

На картинах электронной дифракции части микрочастиц оксида Eu-123 из образцов 2:3:5 и 2:5:7, полученных только высокотемпературным отжигом, присутствуют тяжи вдоль направления $[001]$, обусловленные наличием в структуре пластинчатых выделений, некогерентным образом связанных с перовскитовой матрицей. Для высокотемпературного образца 1:2:3, а также всех образцов полученных после низкотемпературного кислородного отжига наличие тяжей на дифракционных картинах не наблюдалось.

На высокоразрешающих электронно-микроскопических изображениях частиц оксида Eu-123 из всех образцов наблюдается неоднородный контраст (Рис.). Природа этого контраста связана, по-видимому, с наличием в структуре оксида Eu-123 вариации катионного состава на масштабе несколько нанометров, аналогично присутствующей в Y-123 [1].

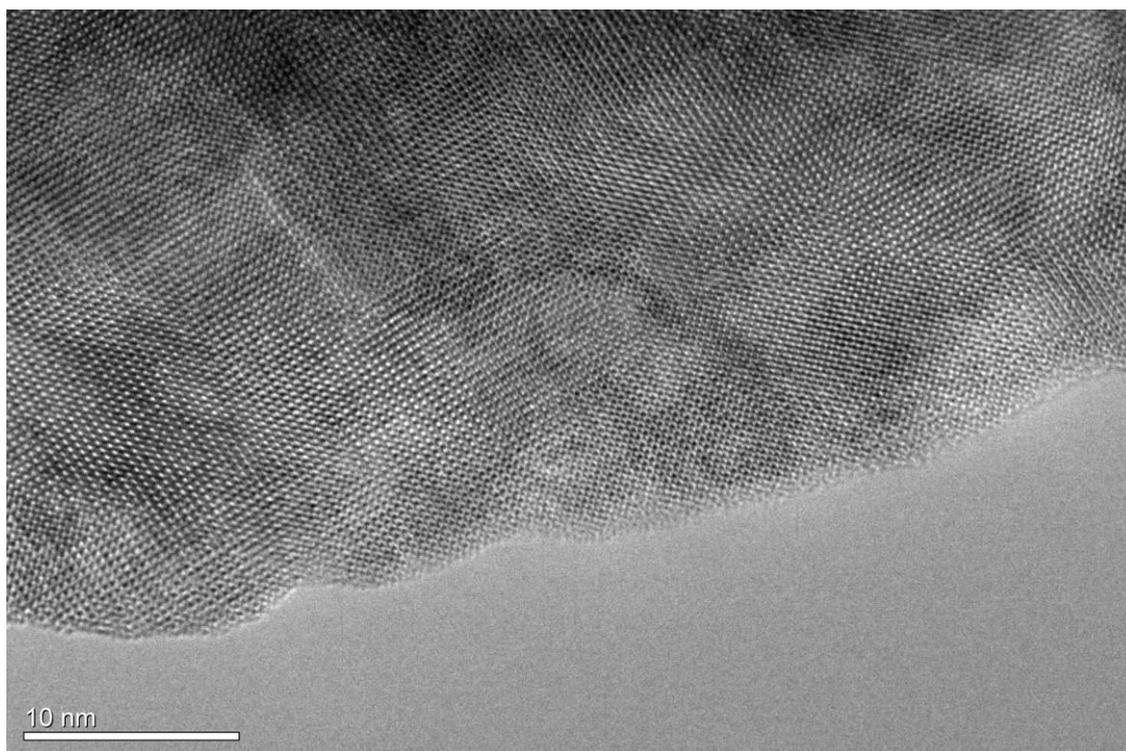


Рис. Неоднородный контраст на ВРЭМ изображениях оксида Eu-123 .

Список литературы:

- [1] L.A. Klinkova, V.I. Nikolaichik, Q.M. Ramasse, and P. Abellan, *Journal of superconductivity and novel magnetism*, **29**, 1139 (2016).

Исследование луковичнообразных углеродных наночастиц и возможности их применения для упрочнения алюминиевой матрицы в композитах

Попов В.А.¹, Борунова А.Б.², Ходос И.И.³, Ковальчук М.Н.³

¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н.Семенова Российской академии наук, Москва, Россия

³Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук, Черноголовка, Россия
e-mail: kovalchuk1701@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.99.20.029

Композиты могут демонстрировать свойства, которые недостижимы в обычных неупрочненных материалах, поэтому интерес к их разработке и исследованию является постоянным. Данная работа посвящена исследованию возможности применения луковичнообразных углеродных наночастиц (ЛУН) для упрочнения алюминиевой матрицы в композитах. Получали ЛУН отжигом наноалмазных частиц в вакууме при температуре 1600 °С. Рисунок 1 демонстрирует изображения ЛУН, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии.

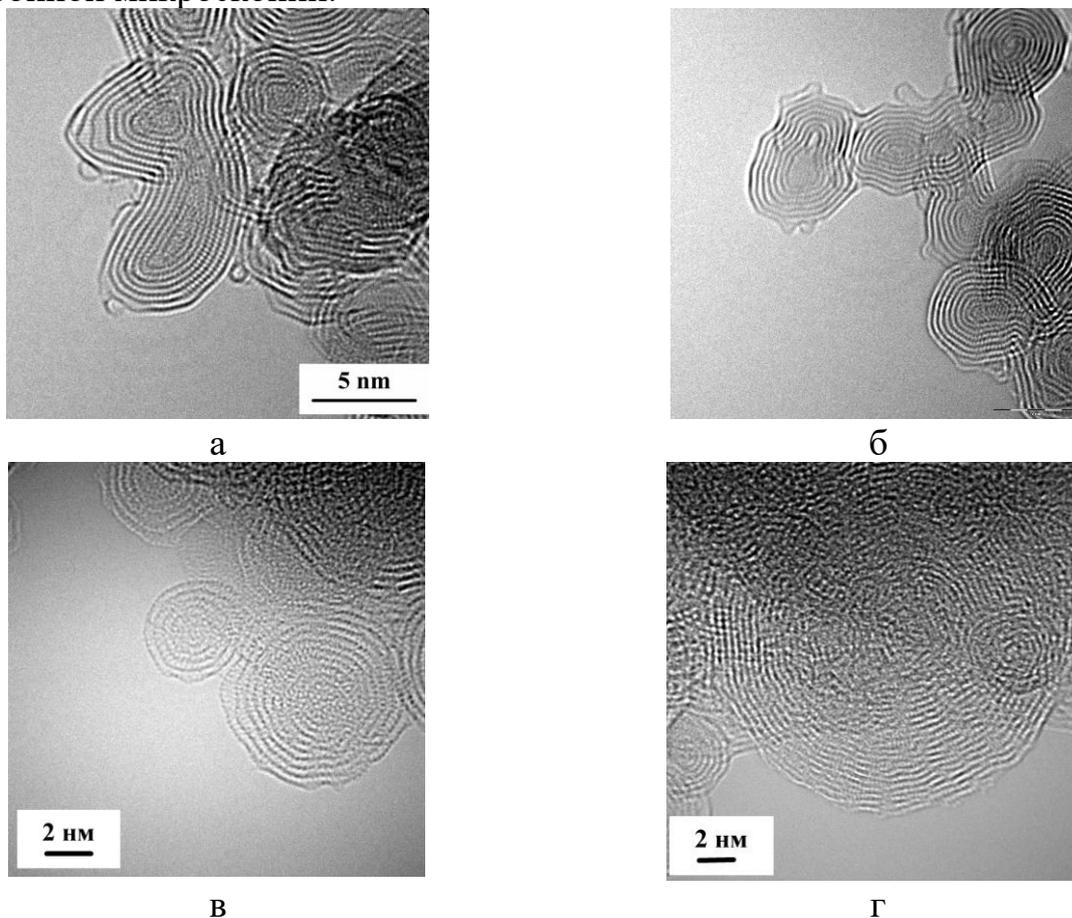


Рис. 1. Луковичнообразные углеродные наночастицы (ПЭМ)

Композиционные материалы получали методом механического легирования. Объемная доля ЛУН составляла 15-25%. Луковичнообразные углеродные наночастицы объединены в агломераты. Увеличение процентного содержания ЛУН приводит к затруднению раздробления агломератов, в структуре остаются неполностью раздробленные агломераты ЛУН. Размер включений влияет на свойства композита. В работах [1-3] было показано, что снижение размера углеродных упрочняющих частиц приводит к снижению температуры начала реакции образования карбида алюминия в алюминиево-матричных композитах. Исследования методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) показало (Рисунок 2), что основной пик тепловыделений в композитах с 15% ЛУН находится в пределах 350-500 °С, а в композитах с 25% ЛУН – в пределах 500-900 °С (но тепловыделения при 400 °С наблюдаются).

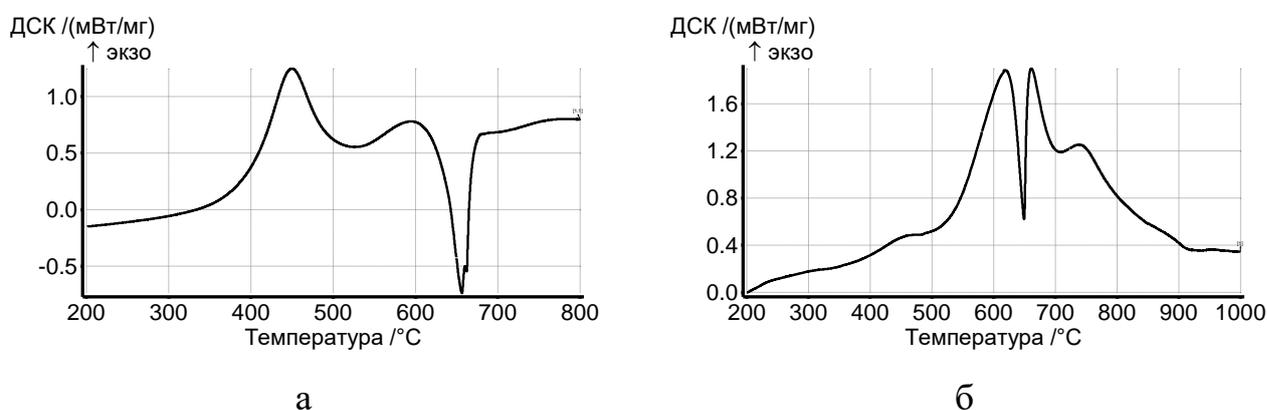


Рис.2. Результаты ДСК исследований композитов «Al+15%_{об}ЛУН» (а) и «Al+25%_{об}ЛУН» (б)

Заключение

Исследования показали возможность применения луковичнообразных углеродных наночастиц для упрочнения алюминиево-матричных композитов.

Благодарности: Авторы благодарны Б.Сенатулину (ДСК), А.Чувилину и А.Егорову (ПЭМ) за помощь в проведении исследований.

Список литературы:

- [1] V.A. Popov, A.B. Borunova, B.R. Senatulin, E.V. Shelekhov, A.N. Kirichenko, *Surface and Interface Analysis*, 2020, First published: 28 January 2020 <https://doi.org/10.1002/sia.6722>.
- [2] V. Popov, *Surface and Interface Analysis*, 2018, 50 (Is 11), 1106-1109.
- [3] V. Popov, *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 2020, 28:1, 61-65.

Исследование структуры интерметаллидов в жаропрочных НР-сплавах методами электронной микроскопии

Святышева Е.В.^{1,2}, к.х.н. Петров С.Н.¹, д.т.н. Кондратьев С.Ю.²

¹НИЦ «Курчатовский институт»-ФГУП «ЦНИИ КМ» Прометей» им. И.В. Горынина,
Санкт-Петербург.

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

e-mail: Svyatyscheva.Ek@yandex.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.62.67.030

Литые жаропрочные жаростойкие сплавы НР40NbTi (Fe-25Cr-35Ni-0,4C-Nb-Ti) широко используются в нефтеперерабатывающей промышленности для изготовления установок, работающих при температурах до 1150 °С [1-2]. При высокотемпературной эксплуатации структура сплавов, в том числе ее карбидная составляющая, претерпевает непрерывную трансформацию, сопровождающуюся образованием интерметаллидных фаз [3]. Интерметаллиды оказывают существенное влияние на работоспособность материала в жестких условиях эксплуатации. Они образуются в структуре сплавов во время длительной работы оборудования, что приводит к образованию значительных внутренних напряжений на границе с матрицей. Эти участки структуры являются потенциальными центрами зарождения трещин при эксплуатации деталей оборудования.

Известно, что в структуре сплавов НР40NbTi при температурах эксплуатации в интервале 800-950 °С образуется интерметаллидная G-фаза [4-6]. Однако для более эффективной переработки углеводородного сырья требуется повышение температуры эксплуатации установок до 1150-1200 °С. Выполненные нами экспериментальные исследования показали, что в структуре сплавов НР40NbTi после длительных выдержек при повышенных температурах образуется интерметаллидная фаза, отличающаяся от G-фазы по химическому составу. Для оценки влияния этого интерметаллида на эксплуатационные свойства сплава необходимо детальное изучение механизма и условий ее формирования в структуре и, прежде всего, определение ее состава и кристаллического строения.

В связи с этим, целью работы является исследование состава и строения интерметаллидных фаз, образующихся в сплавах НР40NbTi при различных температурах эксплуатации, с использованием методов электронной микроскопии.

Исследование структуры сплава и изготовление образцов для ПЭМ методом FIB проводили на растровом дуолучевом электронно-ионном микроскопе (РЭМ) TESCAN LIRA 3 с рентгеновским спектрометром. Тонкую структуру сплава изучали с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ)

FEI Tecnai G² 30 S-TWIN с энергодисперсионным рентгеновским детектором EDAX для элементного анализа.

Исследования позволили определить химический состав интерметаллидной фазы, образующейся в структуре сплава HP40NbTi при температурах выше 100 °С, а также определить ее кристаллическую структуру и параметр решетки.

Данная работа выполнена на оборудовании Центра Коллективного Пользования «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт»-ФГУП «ЦНИИ КМ» Прометей» им. И.В. Горынина, Санкт-Петербург.

Список литературы:

- [1]. Garbiak M., Jasinski W., Piekarski B. Materials for Reformer Furnace Tubes. History of Evolution // Archives Of Foundry Engineering. 2011. V. 11. Special Issue 2. P. 47-52.
- [2]. Bonaccorsi L., Guglielmino E., Pino E., Servetto C., Sili A. Damage analysis in Fe-Cr-Ni centrifugally cast alloy tubes for reforming furnaces // Eng. Fail. Anal. 36 (2014) 65-74.
- [3]. Орыщенко А.С., Кондратьев С.Ю., Анастасиади Г.П., Фукс М.Д., Петров С.Н. Особенности структурных изменений в жаропрочном сплаве 45Х26Н33С2Б2 при температурах эксплуатации. Сообщение 1: Литое состояние // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2012. № 1 (142). С. 155-163.
- [4]. Орыщенко А.С., Кондратьев С.Ю., Анастасиади Г.П., Фукс М.Д., Петров С.Н. Особенности структурных изменений в жаропрочном сплаве 45Х26Н33С2Б2 при температурах эксплуатации. Сообщение 2: Влияние высокотемпературной выдержки // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2012. № 1-1 (147). С. 217-228.
- [5]. Рудской А.И., Анастасиади Г.П., Орыщенко А.С., Кондратьев С.Ю., Фукс М.Д. Особенности структурных изменений в жаропрочном сплаве 45Х26Н33С2Б2 при температурах эксплуатации. Сообщение 3: Механизм и кинетика фазовых превращений // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2012. № 3-2 (154). С. 143-150.
- [6]. McLeod A.C., Bishop C.M., Stevens K.J., Kral M.V., Microstructural Characterization and Image Analysis in Ex-Service HP Alloy Stainless Steel Tubes for Ethylene Pyrolysis// Metallorg. Microstruct. Anal. 5 (2016) p. 178-187.

Получение нанокристаллов Bi на SiO_2 подложке и исследование их структуры в просвечивающем электронном микроскопе

Волков В.Т., Касумов Ю.А., Касумов А.Ю., Ходос И.И.

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.6.
e-mail: kya@iptm.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.89.87.031

Монокристаллы висмута являются перспективным материалом для исследования состояния топологического изолятора высшего порядка, в котором только рёбра кристалла проводят электрический ток [1]. Предполагается использовать материалы с такими свойствами в наноэлектронике и спинтронике. Авторами данной работы ранее была предложена методика получения монокристаллических нанопроволок Bi методом ВЧ-диодного осаждения [2].

В настоящее время состояние топологического изолятора изучается в основном на соединениях висмута. Добавление различных элементов, таких как Sb , Se и Te вызвано необходимостью создания энергетической щели в полуметаллическом висмуте. Энергетическая щель может также открываться вследствие квантового размерного эффекта, т.е. малого размера Bi -структур. В качестве таких структур можно использовать как нанопроволоки, так и нанокристаллы [3]. Поэтому существует потребность в методике синтеза нанокристаллов Bi . Необходимо также иметь возможность выделить отдельные нанокристаллы на подложке для подведения к ним электрических контактов и выполнения измерений электронного транспорта.

В данной работе представлена методика изготовления нанокристаллов Bi методом ВЧ-диодного распыления Bi на нагретую подложку из окисленного кремния. Изменяя температуру подложки и скорость осаждения Bi , можно менять плотность и размер нанокристаллов. Исследование в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) показало, что получаемые структуры имеют размеры порядка 100 нм (рис.1), и являются монокристаллами. Некоторые из них имеют шестиугольную огранку, и именно по рёбрам гексагона должен проходить электрический ток. Удалось снизить плотность получаемых нанокристаллов до нескольких штук на квадратный микрометр (рис.2), что облегчает планируемое в дальнейшем изготовление электрических контактов к ним.

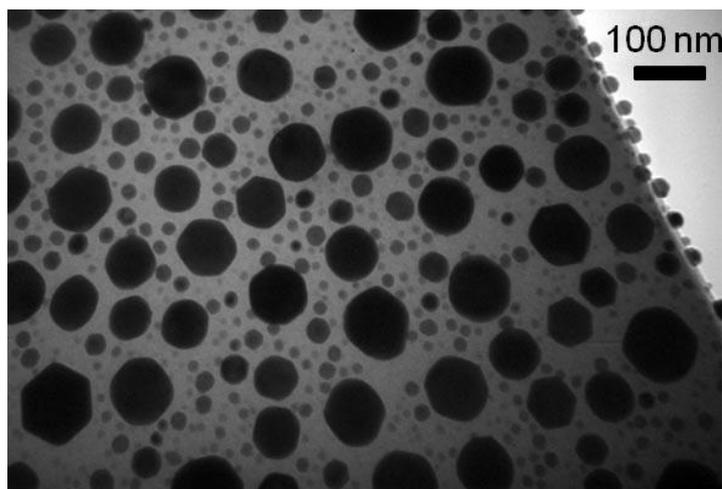


Рис.1. “ПЭМ-изображение нанокристаллов Bi на мембране SiO₂.”

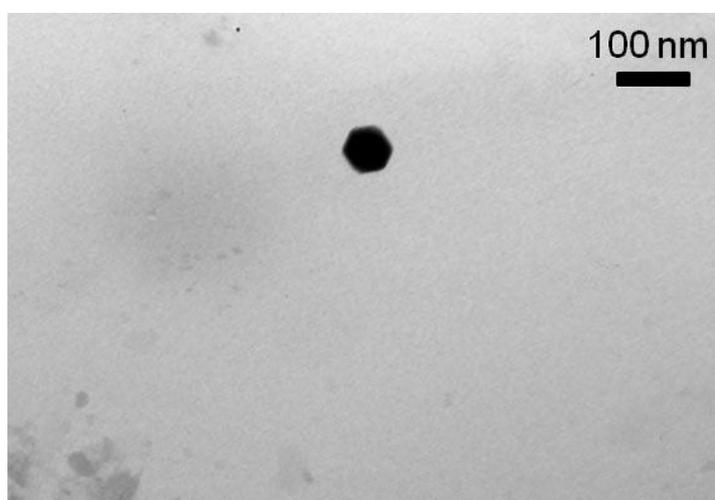


Рис.2. “ПЭМ-изображение отдельного нанокристалла Bi на мембране SiO₂.”

Работа выполнена в рамках государственного задания № 075-00920-20-00

Список литературы:

- [1] F. Schindler, Z.Wang, M.G.Vergniory, *et al.*, *Nature Phys* **14**, 918–924 (2018).
- [2] V.T. Volkov, A.Yu. Kasumov, *et al.*, *Appl. Phys. A* 123:503 (2017).
- [3] I. Drozdov, A. Alexandradinata, S. Jeon, *et al.*, *Nature Phys* **10**, 664 (2014).

Влияние облучения электронным лучом на катодолюминесценцию массива стержней ZnO аголовок

Якимов Е.Б., Якимов Е.Е., Редькин А.Н.

*Учреждение Российской академии наук Институт Проблем Технологии Микроэлектроники РАН,
142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Осипьяна 6
e-mail: yak@iptm.ru*

DOI: 10.37795/RSEM.2020.31.39.032

Оксид цинка является одним из перспективных материалов, для использования в оптоэлектронике. Это обусловлено большой шириной запрещенной зоны 3.4 эВ, прямым межзонным переходом, высокой радиационной стойкостью и сравнительной дешевизной. Для оптоэлектронных устройств таких, лазеры, светодиоды, фотодетекторы, работающих в условиях интенсивной инжекции носителей заряда, одним из важных свойств является стабильность. Ранее проведенные исследования влияния облучения низкоэнергетическим пучком электронов [1] показали, что инжекция неравновесных носителей заряда существенно влияет на интенсивность катодолюминесценции.

Массивы наностержней оксида цинка выращивались методом газофазного синтеза на подложках окисленного кремния [2]. Полученные структуры представляли из себя подслои из поликристаллического ZnO покрытый массивом наностержней. Далее образец разделялся на две части, одна из которых отжигалась при 500°C в течение часа на воздухе. Ранее было показано, что отжиг в таких условиях улучшает оптические характеристики оксида цинка, не влияя на морфологию. Полученные образцы были исследованы с помощью растрового электронного микроскопа JSM 6490 с системой для регистрации катодолюминесценции MonoCL3.

Исследование показало, что в обоих случаях интенсивность максимума свечения линейно зависит, от тока электронного пучка (рис. 1), что говорит о наличии вынужденной люминесценции, однако различный уровень наклона прямых говорит, об ухудшении качества отожженного образца, что вероятно связано с уменьшением времени жизни носителей.

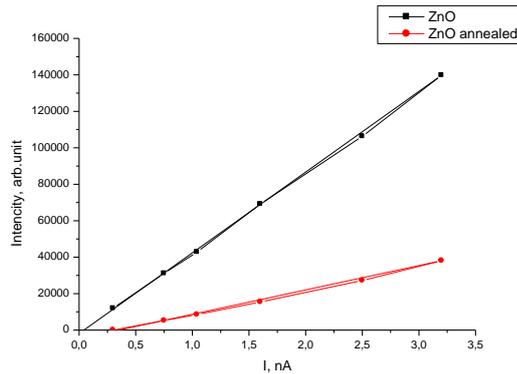


Рис.1. Зависимость интенсивности экситонного свечения отожженного и обычного массива наностолбиков оксида цинка от тока электронного пучка.

Это же показывает и уменьшение сигнала люминесценции. В случае неотожженного образца наблюдался рост люминесценции в течение десятков секунд (Рис.2), что может говорить, о химических процессах, например о диссоциации ОН-групп на поверхности образца. В обоих случаях после достижения максимума интенсивности, происходит ее нелинейный спад, обычно объясняемый ростом углеродной пленки под пучком. При одинаковой морфологии, спад интенсивности при тех же условиях происходит по-разному (рис.3), это не исключает нарастания углеродной пленки, однако показывает, что возможны и другие механизмы гашения.

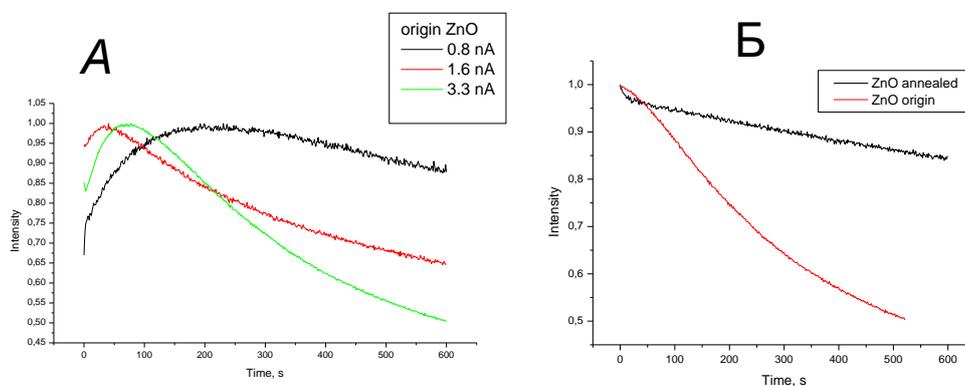


Рис. 2А Нормированные графики зависимости неотожженного образца интенсивность максимума люминесценции, от времени, при различных токах пучка; 2Б Нормированные графики спада интенсивности при токе 3.3 нА, для отожженного и неотожженного образцов наностолбиков ZnO.

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

[1] Xie R., Sekiguchi T., Ishigaki T., Ohashi N., Li D. Yang D., Liu B. Bando Y.// *Appl. Phys. Lett.* 2006, V. 88, 134103.

[2] А.Н. Редькин, М.В. Рыжова, Е.Е. Якимов, А.Н. Грузинцев, *Физика и Техника Полупроводников*, V47, N2, с.216, 2013г

Влияние рентгеновского облучения на поликристаллические пленки в системе $BaF_2 - LaF_3$

Авилов А.С., Каримов Д.Н., Кулыгин А.К., Новикова В.В., Соболев Б.П.

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова
ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия
e-mail: avilovanatoly@mail.ru

DOI: 10.37795/RSEM.2020.66.82.033

Увеличивающийся интерес к фторидам щёлочноземельных и редкоземельных элементов и образуемым ими нестехиометрическим фазам объясняется их особыми физико-химическими свойствами, в частности, высокой ионной проводимостью, и поисками их объяснения. Высокая ионная проводимость кристаллов обусловлена особенностями атомной и электронной структуры, поэтому важна их прецизионная структурная характеристика. Атомная структура нестехиометрических фаз фторидов ЩЗЭ с РЗЭ достаточно подробно изучена рентгено-дифракционными методами. Методы электронной кристаллографии (дифракции электронов и ПРЭМ), которые позволяют изучать объекты в наноструктурированном состоянии, использовались сравнительно мало. Их применение может дать дополнительную информацию о микро- и наноструктуре.

В работе методами электронографии изучено влияние рентгеновского облучения на тонкие поликристаллические пленки фаз, образующихся в системе BaF_2-LaF_3 с разным содержанием компонентов.

Кристаллы нестехиометрических фаз со структурой флюорита $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ ($0 \leq x < 0.52$) и тисонита $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ ($0 \leq y < 0.10$) получены методом Бриджмена (направленная кристаллизация расплава). Из них готовили поликристаллические образцы путём вакуумного испарения и осаждения на медные сетки, предварительно покрытые тонкой угольной пленкой. На рис. 1 представлены результаты измерения дифрактограмм от образца $Ba_{0.895}La_{0.105}F_{2.105}$ до облучения рентгеновскими лучами, сразу после облучения и после 4 суток (после релаксации). Видно, что флюоритовый тип фазы сохраняется, но размеры флюоритовой элементарной ячейки изменяются.

На рис. 2 приведены результаты прецизионного электронно-дифракционного исследования зависимости решетки флюоритовой и тисонитовой фаз от состава системы BaF_2-LaF_3 нанокристаллов, формирующих тонкую поликристаллическую пленку. Наблюдаемые сдвиги максимумов рефлексов подтверждают известные результаты образования твердых растворов из рентгеноструктурных данных.

Таким образом электронографические данные показали, что при облучении рентгеновскими лучами происходит изменение структуры указанных пленок.

Прецизионные электронографические исследования выполнены на разработанном авторами дифрактометре на основе электронографа ЭМР-102 [1] при ускоряющем напряжении 100 кВ ($\lambda=0,037 \text{ \AA}$).

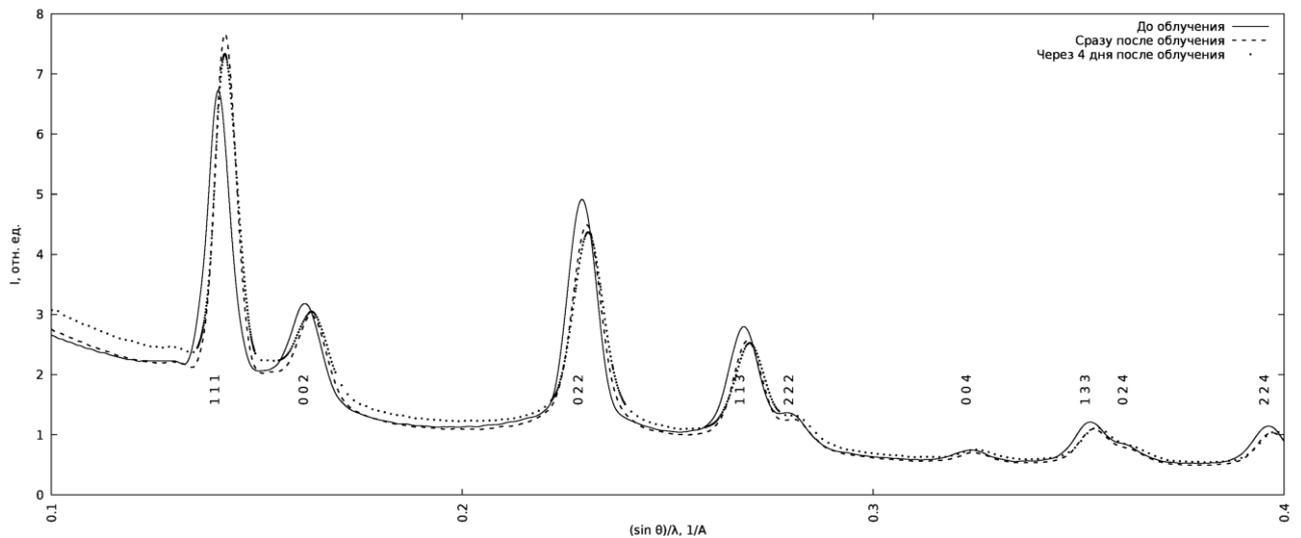


Рис. 1. Электронограммы поликристаллического образца $\text{Ba}_{0.895}\text{La}_{0.105}\text{F}_{2.105}$ до облучения, сразу после и через 4 суток.

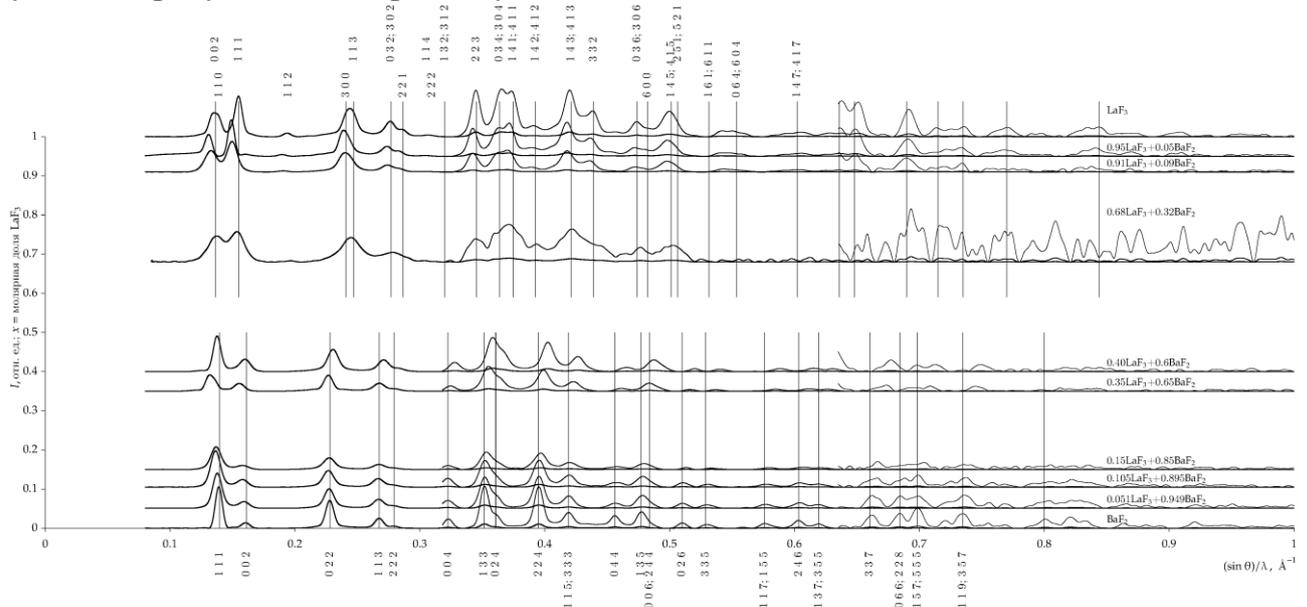


Рис. 2. Дифрактограммы тонких пленок нестехеометрических фторидов системы $(\text{BaF}_2)_{1-x}(\text{LaF}_3)_x$ для $0 \leq x \leq 1$ (в масштабах 1:1, 10:1 и 100:1).

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

Список литературы:

- [1] А.К. Кулыгин, К.В. Кулыгин, А.С. Авилов *Кристаллография*, 2020. Т. 65. No 2. С. 325--334.

Кинетика кристаллизации наноразмерных плёнок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Se}_2$

Панахов М.М.¹, Алекперов Э.Ш.¹, Гараев Э.С.¹, Назаров А.М.², Фарзалиев С.С.²

¹Бакинский государственный университет, AZ1148, г. Баку, ул. З. Халилова 23, Азербайджан

²Институт физики НАНА, AZ1143, г. Баку, пр. Г. Джавида 131, Азербайджан

e-mail: alekperoveldar@mail.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.89.34.034

Полупроводниковые соединения, входящие в группу $A^{III}B^{III}C_2^{VI}$ с различными примесями, представляют научный интерес для современной оптоэлектроники [1, 2]. Эксперименты по изучению полупроводников, легированных примесями, можно разделить на две группы. К первой принадлежат работы, в которых изучалось изменение зонной структуры, обусловленное, главным образом, искажением кристаллической решетки полупроводника. Ко второй группе относится исследование хвоста плотности состояний, распространяющегося вглубь запрещенной зоны.

Настоящее исследование проводилось в русле работ первой группы. Методом кинематической электронографии изучена кинетика фазовых превращений аморфных пленок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Se}_2$ ($0.02 < x < 0.05$). Следует отметить, что данным методом, который считается наиболее эффективным в научно-экспериментальной разработке тонких плёнок, нами были исследованы и другие соединения, входящие в систему $A^{III}B^{III}C_2^{VI}$ [3, 4].

Исследуемые аморфные пленки толщиной 30 нм были конденсированы путем испарения сплава $\text{TlIn}_{0.96}\text{Sn}_{0.04}\text{Te}_2$ на подложках из свежих сколов KCl , KF и NaCl при 410 К в вакууме 4×10^{-5} Па. Скорость осаждения была ~ 5 нм/с. Кинематические электронограммы аморфных пленок, кристаллизующихся в тетрагональной сингонии, были получены при температурах 430; 460; 480 К, которые значительно ниже температур кристаллизации аморфных пленок без примесей.

На кинематической электронограмме видно, что дифракционные линии кристаллической фазы усиливаются во время отжига, а диффузные линии аморфной фазы ослабевают и затем исчезают. Изучение интенсивности линий, характеризующей кристаллическую фазу через определенные промежутки времени отжига, дает возможность судить о количестве закристаллизовавшейся фазы. Интенсивности линий растущей кристаллической фазы $\text{TlIn}_{0.96}\text{Sn}_{0.04}\text{Te}_2$ определялись с помощью микрофотометра от различных участков кинематической электронограммы (рис.1). Из этих микрофотограмм с помощью кривой почернения определялись интенсивности дифракционных линий (200), (211), (321), (400), (420), (422), (442) в зависимости от времени отжига. Переход от значений интенсивности к количеству закристаллизовавшегося вещества осуществляется путем нормировки:

максимальное значение интенсивности сопоставляется с полностью закристаллизованным объемом вещества, что позволяет найти значения объема закристаллизовавшейся части вещества в зависимости от времени отжига. В соответствии с вышеуказанным построены изотермы кристаллизации (рис.2).

Общая энергия активации кристаллизации аморфных пленок оказалась равной 48.41 ккал/моль. Фазовые превращения из одной модификации в другую во многом аналогичны переходу из твердого состояния в жидкое и наоборот. При этом переход из одной модификации в другую происходит в результате возникновения и роста зародышей фазы новой модификации в объеме исходной. Было установлено, что на изменение параметров решетки и энергии активации кристаллизации влияет значение X , характеризующее количество атомов Sn.

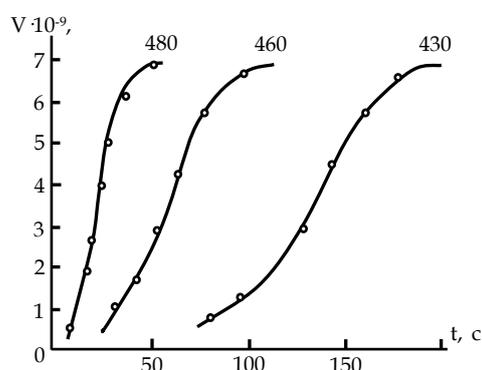
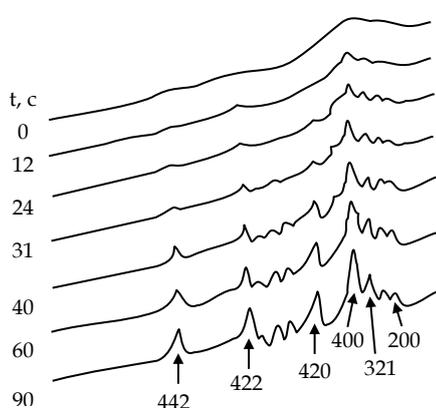


Рис.1. Микрофотограммы от различных участков кинематической электронограммы, снятой при 460 К.

Список литературы:

- Рис.2. Кинематические кривые кристаллизации аморфных пленок $TlIn_{1-x}Sn_xSe_2$.
- [1] А.М. Пашаев, Т.Д. Джафаров, *Физические основы наноэлектроники*, Баку (2014).
 - [2] Ах.У. Мальсагов, *Обзор литературы по полупроводниковым соединениям типа $A^I B^{III} C_2^{IV}$, $TlB^{II} C_2^{IV}$* , ЭЛЬ-ФА, Нальчик (2007).
 - [3] А.С. Авилов, *Прецизионная электронография*, тема диссертации доктор физико-математических наук (01.04.18), Москва (1999).
 - [4] Э.Ш. Алекперов, *Поверхность*, №9, с.67-70 (2017).

Исследование морфологии поверхности светопоглощающего покрытия на никеле

Гасенкова И.В.¹, Андрухович И.М.¹, Денисюк С.В.¹, Лугин В.Г.²

¹ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника», Минск, Беларусь
²УО БГТУ, Центр физико-химических методов исследования, Минск, Беларусь
e-mail: andrukhovich@oelt.basnet.by

DOI: 10.37795/RCEM.2020.80.91.035

Введение

Существенное воздействие на уровень шумов в оптико-электронных приборах и точность измерений оказывают переотражения излучения от поверхностей элементов [1]. Для снижения данного эффекта в приборостроении применяются различные светопоглощающие покрытия. В настоящее время для получения таких покрытий применяются методы, основанные на проведении химических реакций на поверхности деталей. В ходе данных реакций происходит изменение приповерхностной структуры металла с образованием новых химических соединений. В результате обрабатываемая металлическая поверхность приобретает оттенки черного цвета. Для применения в космической аппаратуре предложено покрытие на основе оксидов и фосфидов никеля [2], покрытие аналогичного состава используется в [3, 4].

В данной работе рассмотрено три варианта нанесения светопоглощающего покрытия для селектирующих элементов датчиков потоков космической плазмы. В первом варианте применяли окрашивание из раствора, содержащего смесь кислот. Во втором варианте использовали электрохимическое осаждение из раствора содержащего ионы никеля, цинка, тиоционата, аммония с добавкой хлорида алюминия, метасиликата натрия и тиомочевины. В третьем варианте в качестве добавки применяли сульфат никеля.

Изучение морфологии поверхности и состава образцов было проведено с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-6510LV, оснащенного блоком энергодисперсионной спектроскопии для определения химического состава образцов

Из рисунка 1(а, б) следует, что окрашивание поверхности никеля в смеси кислот приводит к укрупнению имеющихся на поверхности дендритов и увеличению ее шероховатости. Покрытие из сложного раствора с добавками хлорида алюминия, метасиликат натрия и тиомочевины позволяет получить равномерное по толщине и цвету покрытие (рис. 1в). Добавление в электролит сульфата никеля способствует формированию выравнивающего слоя черного никеля (рис. 1г), однако на данной поверхности наблюдаются трещины. Наличие трещин связываем с толщиной слоя покрытия.

Полученные светопоглощающие покрытия содержат никель, цинк и их соединения с кислородом и серой (табл. 1).

Табл. 1 Химический состав светопоглощающих покрытий

№ раствора	O, масс%	S, масс%	Ni, масс%	Zn, масс%
1	0,66	1,16	99,18	-
2	1,12	2,44	88,64	7,80
3	3,51	5,36	29,87	61,26

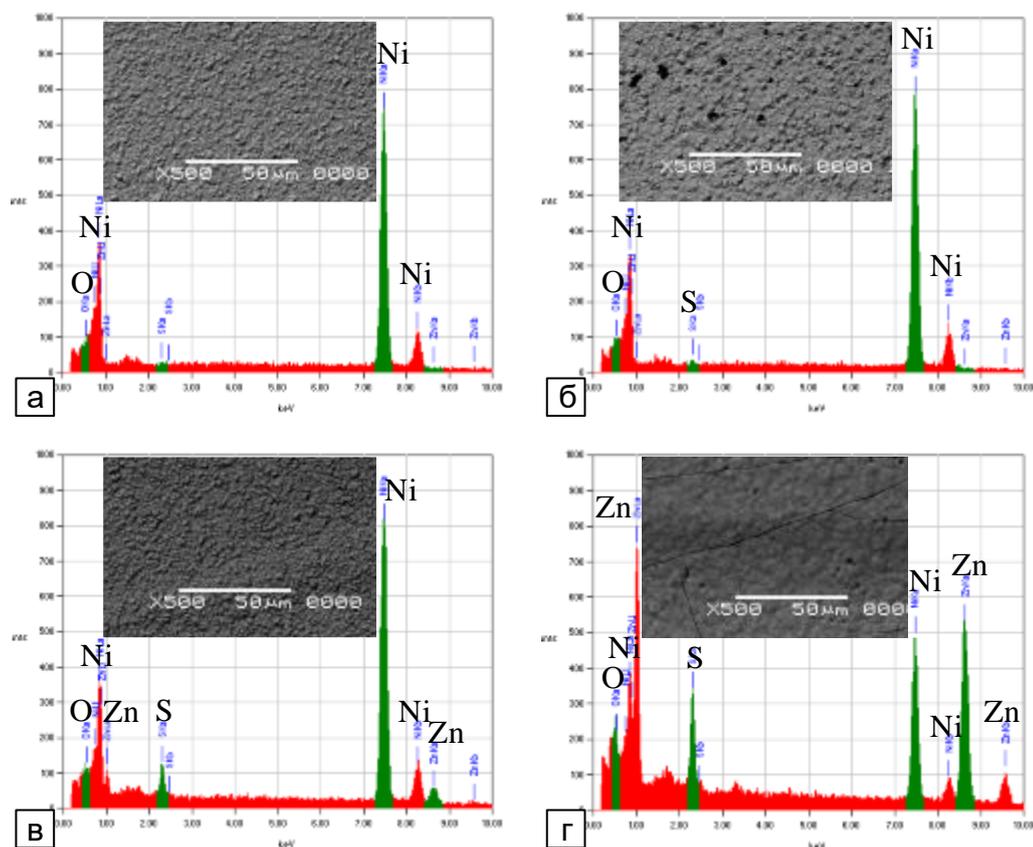


Рис.1. Морфология и состав поверхности никелевых слоев
а) без покрытия; покрытие из раствора б) 1; в) 2; г) 3

Наилучшие результаты по цвету и составу получаются при осаждении светоотражающего покрытия по второму варианту.

Работа выполнена при финансовой поддержке БРФФИ, грант № Т20М-016.

Список литературы:

- [1] K. A. Moldosanov, R. Henneck, A. M. Skyrnnikov [et al.], *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, **V. 4093**, P. 181–192 (2000).
- [2] R. Uma Rani, A. K. Sharma, C. Minu [et al.], *J. Appl. Electrochem*, **№ 40**, P. 333–339 (2010).
- [3] Fei Xing, Borui Zhao, Wenying Shi, *Electrochimica Acta*, **№ 100**, P. 157–163 (2013).
- [4] A. Sosa Domínguez, I. Zamudio, M.L. Mendoza-Lopez [et al.], *Surface & Coatings Technology*, **№ 326**, P. 192–199 (2017).

Структурные особенности порошка никелида титана, применяемого для изготовления биосовместимых материалов

Волочаев М.Н.¹, Аникеев С.Г.², Артюхова Н.В.²

¹Институт физики им. Л.В. Киренского ФИЦ КНЦ СО РАН, г. Красноярск, Россия

²Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, Россия
e-mail: volochaev@iph.krasn.ru

DOI: 10.37795/RCEM.2020.69.19.036

Сплавы никелида титана обладают рядом уникальных свойств: эффект памяти формы, сверхэластичность, демпфирующая способность, высокий уровень биосовместимости и коррозионной стойкости, что в свою очередь сделало их востребованным материалом для медицинских применений (травматология, ортопедия, челюстно-лицевая хирургия, стоматология) в качестве имплантатов [1]. Для лучшей биосовместимости и скорейшего срачивания с костной тканью имплантаты должны обладать развитой (пористой) поверхностью. Поэтому методами порошковой металлургии были разработаны имплантируемые конструкции на основе пористого никелида титана [2]. В свою очередь структурные параметры и физико-механические свойства готовых изделий, получаемых методами порошковой металлургии определяются качеством исходных TiNi порошков. Метод диффузионного спекания готового порошка никелида титана позволяет изготавливать материал с наиболее однородным фазово-химическим составом, чем в случае материалов, синтезируемых методом СВС или реакционным спеканием при использовании порошков титана и никеля [3]. Однако, даже получение однородного исходного порошка на основе никелида титана является сложной задачей, требующей, в том числе, детального исследования его структурных особенностей.

В работе методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследовался порошок TiNi марки ПВ–Н55Т45, полученный методом гидридно-кальциевого восстановления. Средний размер гранул согласно паспорту качества 140 мкм при фракции 0-200 мкм. Методами растровой электронной микроскопии установлено, что в порошках присутствуют два типа гранул: «губчатые», обладающие развитой поверхностью с размером пор несколько мкм, и «компактные» в форме гальки, содержание которых порядка 10-15 %. В свою очередь компактные частицы делятся на два типа: с Ti₂Ni покрытием и без покрытия.

Поскольку для биосовместимости материала очень важен состав и структура приповерхностного слоя, с помощью системы фокусируемого ионного пучка (ФИП FB-2100, Hitachi) были изготовлены поперечные срезы с каждого типа частиц и методами ПЭМ исследованы их структурные особенности.

Исследование компактных частиц первого типа показало, что их поверхность покрыта неоднородным слоем до 0,5 мкм, состоящим из

ультрадисперсной матрицы с кристаллическими включениями до 20 нм. Элементный анализ показал наличие никеля и титана в равных количествах с большим содержанием кислорода (до 60%) и кальция (до 15%), а также включениями железа и хрома. Под ультрадисперсным конгломератом располагается мелкокристаллический слой Ti_2Ni с редкими включениями частиц, состоящих титана (67-70 %), никеля (18-20 %) и фосфора (9-10 %), с небольшим содержанием кремния (2-3 %). Ближе к $TiNi$ основе фаза Ti_2Ni становится крупнокристаллической с множеством дефектов и трещин, вызванных, по-видимому, механической обработкой порошка. $TiNi$ основа обладает мелкозернистой реечной структурой, состоящей из смеси фаз аустенита B_2 , мартенсита $B19'$ и включений частиц Ti_3Ni_4 .

Компактные частицы второго типа также покрыты неоднородным слоем с высоким содержанием кислорода и кальция, под которым располагается ультрадисперсная матрица состава $Ti_{45}Ni_{55}$ с включениями наночастиц Ti_3Ni_4 . По мере удаления от поверхности размер включений фазы Ti_3Ni_4 резко увеличивается, частицы собираются в агломераты вытянутой формы размером до десяти мкм. Одновременно с этим уменьшается доля ультрадисперсной матрицы, которая плавно переходит в кристаллическую основу, содержащую кристаллиты мартенсита и Ti_3Ni_4 , разделенные тонкими аморфными прослойками.

В свою очередь губчатые частицы не имеют аморфного покрытия и характеризуются мелкокристаллической мартенситной структурой с редкими включениями частиц Ti_2Ni субмикронного размера. Наличие частиц Ti_3Ni_4 не зафиксировано.

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект 19-79-10045). Электронно-микроскопические исследования проведены на оборудовании Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН

Список литературы:

- [1] Ланшаков В.А., Гюнтер В.Э., и др. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы. Имплантаты с памятью формы в травматологии и ортопедии. Т.2. / под ред. В.Э. Гюнтера, «НПП «МИЦ», Томск (2010).
- [2] Ходоренко В. Н., и др., Изв. вузов. Физика, **57**, 17 (2014)
- [3] Anikeev S.G., et al., *Smart Materials and Structures*, **26**, 1 (2017)

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ

A

Afonina Zh.A., 122
Ahbe T., 148
Andreeva O.A., 213

B

Baranov M.A., 213

C

Chezganov D.S., 205

D

Dai G., 148
Diener A., 148
Dubavik A., 213

F

Fatkhullin B., 124

G

Gabdulkhakov A., 124
Golubev A., 124
Guskov A., 176

H

Heilmann M., 44
Hu X., 148

J

Jenner L., 124

K

Karabanov D.A., 148
Khusainov I., 124
Kireev I.I., 122
Kolosova O., 176

L

Levashov E.A., 144
Linker E.A., 205
Litvin A.P., 213
Loginov P.A., 144
Lopes J-M. J., 44
Lysakov M.N., 205

M

Maslov V.G., 148
Milovanova E.A., 148
Mityukhlyayev V.B., 148

O

Orekhov A.S., 144

P

Pashnina E.A., 205

R

Rinnert H., 209
Rogachev A., 176

S

Shirokov V.A., 122
Sidorenko D.A., 144
Solyanikova I.P., 174
Sorokin I.I., 122
Stetsenko A., 176
Stoffel M., 209
Strelkova O.S., 122
Suzina N.E., 174

T

Tomut M., 67
Trautmann Ch., 67

U

Usachev K., 124, 176

V

Validov Sh., 124, 176
Vergant M., 209

Y

Yusupov M., 124, 176
Yusupova G., 124

Z

Zakharova E.V., 122
Zgadzay Y., 176

A

Абашина Т.Н., 127
Абросимова Г.Е., 246
Авилов А.С., 37, 64, 146, 260
Алекперов Э.Ш., 262
Александрова Л.А., 187
Алиев М.А., 232
Алтунин Р.Р., 228
Ананьев М.В., 201
Андреевская С.Н., 187
Андрухович И.М., 264
Аникеев С.Г., 266
Армеев Г.А., 115
Аронин А.С., 246
Артюхова Н.В., 266
Архарова Н.А., 58, 60, 158,
236
Асваров А.Ш., 232, 238
Асеев С.А., 62
Атанова А.В., 69, 201
Афонин А.В., 230
Афоница Ж.А., 169

Б

Базуева П.А., 77
Баймухаметов Т.Н., 169
Бакеева Л.Е., 133
Балобанов В.А., 170
Банникова С.А., 110
Баринов Н.А., 125, 129
Барковский Н.В., 250
Баскаков С.А., 234
Басков Ф.А., 230
Басу В.Г., 46
Бачище Т.С., 167
Бедин С.А., 71, 218
Белов В.С., 244
Берт А.Н., 240
Бессолов В.Н., 240
Бешенков В.Г., 203
Богачев А.А., 66, 67
Бойкова А.С., 197
Болотина Н.Б., 48
Бондарев А.В., 220
Бондаренко В.И., 24, 35, 48
Боргардт Н.И., 26, 44, 199
Борисов Я.Г., 178
Бородин А.В., 39
Борунова А.Б., 252

Боряков А.В., 226
Буташин А.В., 232, 238

В

Вайс В.Б., 133
Валеев В.Ф., 183
Вангели И.М., 133
Василенко К.С., 169
Васильев А.Л., 24, 42, 48, 67,
100, 113, 120, 141, 193, 195,
211
Васильева А.А., 224
Васильков А.Ю., 158
Васин О.И., 146
Вергелес П.С., 108, 215
Викторов В.В., 217
Внуков В.И., 75
Волков В.Т., 256
Волков Н.А., 246
Володин В.А., 209
Волочаев М.Н., 266
Воробьёв М.Г., 178
Ворович М.Ф., 165

Г

Гаврилюк А.Г., 55
Гайдуков П.Г., 82
Гайнутдинов Р.В., 100
Гамбараян М.П., 209
Гараев Э.С., 262
Гасенкова И.В., 264
Гелевер В.Д., 155
Гинс М.С., 167
Глухов А.С., 170
Гнесин Б.А., 75
Гнесин И.Б., 75
Горлова И.Г., 48
Графская Е.Н., 191
Грешников Э.А., 82
Григорьев Т.Е., 141
Григорьев Ю.В., 238
Григорьева И.А., 84
Громовых Т.И., 158
Гуляев А.И., 52
Гусев Н.С., 31
Гусев С.А., 31, 222
Гутаковский А.К., 22

Д

Дадинова Л.А., 120
Дворецкая Е.В., 207
Дегтяренко П.Н., 42, 211

Денисюк С.В., 264
Долуденко И.М., 71, 218
Дремова Н.Н., 207
Дрёмова Н.Н., 234
Дробышева И.М., 179, 181
Дубова К.М., 197
Дубровин Е.В., 125
Дуда В.И., 127

Е

Евтюгин В.Г., 183
Егоров А.М., 165
Ермишкин В.А., 153
Ерохина Н.С., 71

Ж

Жарков С.М., 228
Жигалина О.М., 46, 69, 71,
201
Жирнов О.П., 189
Журавлева П.Л., 52

З

Загорский Д.Л., 71
Заикина А.В., 86
Зайцев С.В., 33
Зайцев С.И., 89
Залужный А.Г., 66
Знаменский А.Г., 203
Зобенько О.А., 86
Золоторевский Н.Ю., 79
Зубков С.Ю., 150, 226
Зыков А.В., 199

И

Иванова А.Г., 55
Иванова А.Л., 165
Иванова Ю.Л., 139
Ивановская Н.А., 236
Ивлев Ю.Ф., 137
Ильин А.И., 137
Искандаров Н.А., 66
Ишмухаметов А.А., 165
Ищенко А.А., 20, 62

К

Кабашникова Л.Ф., 167
Казьмирук В.В., 39, 91
Камышинский Р.А., 120, 141,
185, 193, 195

Каневский В.М., 218, 232,
238
Капланский Ю.Ю., 73
Караджян Б.П., 139
Каратеев И.А., 42, 152, 211
Каратеева К.Г., 152
Караулов В.Ю., 33
Каримов Д.Н., 236, 260
Карпов М.И., 75
Касацкий П.С., 118
Касумов А.Ю., 256
Касумов Ю.А., 256
Катина Н.С., 170
Кауль А.Р., 42, 211
Кезин В.А., 187
Кирпичников М.П., 115
Клечковская В.В., 60, 158
Клименко С.М., 189
Клинов Д.В., 125, 129, 191
Кобельков Г.М., 115
Ковалец Н.П., 218
Ковальчук М.Н., 252
Кожина Е.П., 218
Козак Н.В., 167
Колосов В. Ю., 248
Коморников В.А., 100
Компанец В.О., 62
Конарев П.В., 35
Кондратьев С.Ю., 254
Конева А.Л., 118
Коплак О.В., 96, 207
Королев Д.И., 150
Королева Н.Д., 207
Коротцкий А.В., 73
Кочетков С.Н., 187
Кочиков И.В., 62
Кошелев А.В., 236
Краевский С.В., 129
Кремлева О.В., 129
Кривякин Г.К., 209
Крюков Р.Н., 150
Кудрявцев А.В., 115
Кузнецов Н.М., 195
Кулагин С.П., 153
Кулевой Т.В., 66
Кульгин А.К., 37, 146, 260
Кульбацкий Д.С., 185
Курганов И.Г., 39, 91

Л

Лазарев В.Н., 191
Латышев А.В., 22
Левашов Е.А., 73
Леонова О.Г., 139, 187

Лисицын Ф.В., 189
 Логинов П.А., 73
 Ложников М.А., 115
 Лугин В.Г., 264
 Лукашова М.В., 84, 86
 Лукина Е.А., 52
 Лукьянчук А.А., 66
 Луценко С.В., 158
 Люкманова Е.Н., 185

М

Макарова И.П., 100
 Максимов А.Г., 155
 Малахов С.Н., 82
 Малиновский А.Л., 62
 Малышкина И.А., 100
 Мамонова Д.В., 224
 Манькин А.А., 189
 Маньшина А.А., 224
 Маркевич И.А., 77
 Марченко В.А., 203
 Марченков В.В., 170
 Матвеев А.В., 102
 Матвеева А.Г., 191
 Матюгина Е.С., 187
 Маханек А.А., 98
 Мачулин А.В., 127
 Машуков М.Ю., 102
 Мельников Г.Б., 98
 Мертвищева М.Е., 167
 Минина Н.А., 153
 Миронов Б.Н., 62
 Миронов В.Л., 94
 Михайлов А.Н., 150
 Михайловский В.Ю., 222
 Михуткин А.А., 141, 152, 195
 Мишин В.В., 155
 Мишина О.Ю., 110
 Модин Е.Б., 50
 Можаяев А.А., 120
 Моисеенко Е.Т., 228
 Моргунов Р.Б., 207
 Морозова К.Н., 161
 Морозова О.В., 129, 191
 Мотылева С.М., 167
 Мумляков А.М., 244
 Муслимов А.Э., 71, 232, 238
 Мясников А.Г., 118
 Мясоедов А.В., 240

Н

Назаров А.М., 262
 Нартова А.В., 102

Некрасов А.Н., 75, 203
 Никитин А.А., 66, 67
 Николайчик В.И., 250
 Николичев Д.Е., 150
 Никольская А.А., 150
 Новикова В.В., 146, 260
 Новоселецкий В.Н., 115
 Нуждин В.И., 183

О

Овчаров А.В., 42, 152, 211
 Озерова К.Е., 106
 Округин В.М., 86
 Окунев А.Г., 102
 Орехов А.С., 60, 120, 158
 Орлов В.И., 215, 242
 Осипов Н.Н., 137
 Остерман И.А., 118

П

Павлова Е.Р., 191
 Палюлин В.В., 129
 Панахов М.М., 262
 Панищева Д.В., 167
 Пахунов А.С., 82
 Пацаев Т.Д., 193
 Пашаев Э.М., 113
 Пашкевич Л.В., 167
 Перминова Ю.С., 230
 Першина Е.А., 244
 Петров С.Н., 79, 254
 Петров Ю.В., 31
 Петров Ю.В., 222, 224
 Петровская А.С., 98
 Петухов М.В., 120
 Питиримова Е.А., 150
 Пичкур Е.Б., 118, 165, 197
 Подкопаев А.А., 91
 Пойдашев Д.Г., 62
 Полесскова Е.В., 118
 Поливцева В.Н., 127
 Поликанов Ю.С., 118
 Поляков А.Я., 108, 215
 Пономарев И.И., 46
 Попенко В.И., 139
 Попенко В.И., 187
 Попов В.А., 252
 Порохов Н.В., 244
 Посельская Ю.В., 217
 Потехин А.А., 66
 Пресняков М.Ю., 67, 152
 Преснякова Н.Н., 82
 Приходько А.С., 26, 44

Прохоров Д.В., 75
 Пруцков Г.В., 113

Р

Разницын О.А., 66
 Разоренов Д.Ю., 46
 Разумовская И.В., 218
 Рау Э.И., 33, 106
 Редькин А.Н., 258
 Рогов А.М., 183
 Рогожкин С.В., 66, 67
 Рудич Н.В., 199
 Румянцев А.В., 26
 Румянцев Д.В., 110
 Рыбин В.В., 79
 Рябов Е.А., 62
 Рябова Н.А., 170
 Рябова Н.А., 163

С

Савинова Ю.А., 110
 Савицкая Т.Н., 39, 91
 Садовская Н.В., 64
 Сайдакова С.С., 161
 Самыгина В.Р., 165, 197
 Сапожников М.В., 222
 Свиридов А.П., 69
 Святышева Е.В., 254
 Селезнева Е.В., 100
 Сиротина А.П., 244
 Сиротина Д.Ю., 77
 Скупов К.М., 46
 Скуратов В.А., 58
 Смирнова Т.Г., 187
 Соболев Б.П., 260
 Соболева О.И., 127
 Созонтов Е.А., 82
 Солдатенко Е.В., 135
 Солтанович О.А., 242
 Сомов П.А., 110
 Степанов А.Л., 183
 Строганова Т.С., 75
 Струнов А.А., 161
 Субботин И.А., 113
 Суворова Е.И., 42, 58, 211
 Сузина Н.Е., 127
 Сулейманов Е.В., 226
 Сурудин С.И., 226
 Суфиянова А.Э., 46

Т

Тархов М.А., 244

Татаринцев А.А., 106
Татарский Д.А., 31, 222
Тенчурин Т.Х., 141
Тетельбаум Д.И., 150
Тетяников Н.В., 167
Толстихина А.Л., 100
Томенко А.К., 153
Трофимов О.В., 137
Троян И.А., 55
Трунькин И.Н., 48

У

Уваров О.В., 58
Учаев Д.А., 217
Ушанова Э.А., 79

Ф

Фарзалиев С.С., 262
Фарленков А.С., 201
Фахранурова Л.И., 170
Федин П.А., 66
Федина Л. И., 28
Федотов В.К., 250
Философова Т.М., 86
Фукина Д.Г., 226

Х

Хайдуков Е.В., 236

Хандажинская А.Л., 187
Хатипов Р.С., 64
Хатипов С.А., 64
Хацаева Р.М., 172
Хмеленин Д.Н., 69, 201
Ходос И.И., 252, 256
Хомич А.А., 66
Хорошилов В.В., 66

Ц

Царев А.В., 185
Цветков М.Ю., 69
Цеменко А.В., 79

Ч

Чвалун С.Н., 141, 195
Чекалин С.В., 62
Чепиков В.Н., 42, 211
Черкова С.Г., 209
Черноусова Л.Н., 187
Чесноков Ю., 185
Чесноков Ю.М., 48, 113, 120
Чигиринский Ю.И., 150
Чижик С.А., 98
Чувиллин А.Л., 31, 222
Чугунова К.С., 84
Чуховский Ф.Н., 35

Ш

Шабельникова Я.Л., 89
Шадрин А.М., 163
Шайтан А.К., 115
Шайтан К.В., 115
Шатров А.Б., 135
Шевцов А.В., 158
Шенкарев З.О., 185
Шибалов М.В., 244
Шорохова А.П., 127
Штыкова Э.В., 120
Шулепко М.А., 185
Шульга Ю.М., 234
Шутов А.С., 66

Э

Эльдаров Ч.М., 133

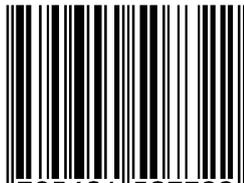
Ю

Юшков А. А., 248

Я

Яблоков Е., 185
Якимов Е.Б., 54, 105, 108,
215, 242, 258
Якимов Е.Е., 54, 258
Ярыкин Н.А., 242

ISBN 978-5-6045073-2-2



9 785604 507322