

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии
им. А.В.Шубникова Российской академии наук
(ИК РАН)

УДК 548.0

ВГК ОКП

№ госрегистрации

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ИК РАН

Инв. № 14.621.21.0005

_____ В.М. Каневский

« ____ » _____ 2015 г.

ОТЧЕТ
О ВЫПОНЕНИИ РАБОТЫ
КОМПЛЕКСНОЕ РАЗВИТИЕ ЦЕНТРА КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ
НАУЧНЫМ ОБОРУДОВАНИЕМ "СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ"
ИК РАН В РАМКАХ РЕАЛИЗАЦИИ ФЕДЕРАЛЬНОЙ ЦЕЛЕВОЙ ПРОГРАММЫ
"ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКА ПО ПРИОРИТЕТНЫМ НАПРАВЛЕНИЯМ
РАЗВИТИЯ НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА РОССИИ НА 2014-2020
ГОДЫ"
ПО ТЕМЕ
ПРОВЕДЕНИЕ МЕРОПРИЯТИЙ ПО РАСШИРЕНИЮ ВОЗМОЖНОСТЕЙ ЦКП
"СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ" НА ОСНОВАНИИ
ПРОГРАММЫ РАЗВИТИЯ ЦЕНТРА 2014-2015 (промежуточный)

Этап второй

шифр 2014-14-595-0001

Соглашение о предоставлении субсидии от «22» августа 2014 г. № 14.621.21.0005

Руководитель ЦКП ИК РАН,
канд. физ.-мат. наук

Ю. В. Григорьев

Москва 2015

РЕФЕРАТ

ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ, СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА, ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ, РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОМОГРАФИЯ, РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКЦИЯ

Объект исследований: Реализация Программы развития ЦКП «Структурная диагностика материалов» на 2014-2015 годы, заключение договоров и поставка оборудования и комплектующих, поддержание текущего состояния оборудования ЦКП путем снабжения его комплектующими, подготовка оборудования к калибровке и сертификации, разработка методики выполнения измерений или калибровки на существующем или вновь закупаемом оборудовании ЦКП, обоснование их использования, периодическая поверка, калибровка и сертификация оборудования и средств измерений ЦКП ИК РАН, научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием, составление отчетов.

На втором этапе работы выполнялись следующие работы:

Дооснащение приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным оборудованием стоимостью свыше 1 млн. рублей;

обеспечение доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации;

заключение договоров с внешними пользователями и их выполнение;

развитие системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП;

развитие кадрового потенциала ЦКП за счет обучения работе на установленном новом оборудовании и освоения новых методик измерения;

обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ;

закупка расходных материалов и комплектующих;

подведение итогов второго этапа и разработка промежуточного отчета.

Методология проведения работы

обоснование выбора закупаемого аналитического оборудования;

заключение договоров на поставку оборудования и комплектующих;

подготовка высококвалифицированных научных кадров путем использования приборов и методов физических измерений, развитых в ЦКП;

научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием;

Ввод в эксплуатацию пробной версии нового сайта Центра;

Разработка и аттестация новых методик выполнения измерений и калибровки;

Проведение аттестации чистых климатических зон ЦКП.

В рамках второго этапа Соглашения получены следующие результаты:

Проведена работа по дооснащению приборно-аналитической базы ЦКП растровым двухлучевым электронным микроскопом.

Растровый электронный микроскоп с разрешением по точкам не хуже 0,8 нм при ускоряющем напряжении до 30 кВ, 1,0 нм при 15 кВ и 1,6 нм при 1 кВ, имеет ионную пушку, микроманипуляторы и систему напыления. Предназначен для изготовления качественных образцов для высокоразрешающей электронной микроскопии, изготовления поперечных срезов различных образцов, для определения их внутренней структуры, изучения с высоким разрешением биологических образцов, изготовления оптических субволновых структур методом ионной литографии.

Запущена пробная версия нового сайта ЦКП ИК РАН, содержащего календарь загруженности оборудования и возможность подачи интерактивной заявки.

Проведены работы по повышению уровня квалификации сотрудников ЦКП. Проведены подготовительные работы по информационному обеспечению ЦКП.

Закуплены расходные материалы и комплектующие для оборудования ЦКП.

Разработаны 2 новые методики проведения измерений на оборудовании ЦКП, добавлены две новые услуги Центра.

Составлен промежуточный отчет.

Рекомендации по внедрению и прогнозные предположения о развитии объекта исследования:

Вновь закупленное электронно-микроскопическое оборудование обеспечит получение результатов комплексных исследований в области структурной диагностики кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки на современном уровне, что позволит повысить качество создаваемой с его помощью научно-технической продукции. Повышение функциональности ЦКП за счет увеличения точности измерений, увеличения разрешения и расширения диапазона измеряемых величин, автоматизация эксперимента и уменьшение времени измерений, с предоставлением возможности использования методов и методик научных исследований, разработанных и освоенных Центром. Повышение качества образования и квалификации молодых специалистов путём их привлечения к работе на современном оборудовании.

Новые приборы позволят расширить список предоставляемых ЦКП ИК РАН услуг для внешних и внутренних пользователей, и увеличит количество потенциальных заказчиков работ.

Введение в эксплуатацию новой версии сайта позволит обеспечить широкий доступ потенциальных внешних пользователей к имеющемуся оборудованию ЦКП.

Периодическая поверка и калибровка оборудования, а также разработка новых методик выполнения измерений и калибровок обеспечит возможность привлечения новых пользователей, в том числе с госпредприятий и коммерческих организаций, которым важна точность и достоверность полученных результатов.

СОДЕРЖАНИЕ

<u>№</u> <u>п/п</u>	<u>Стр.</u>
Введение	7
1. Реализация программы развития ЦКП «Структурная диагностика материалов» на 2014-2015 годы, включающей комплекс мероприятий направленных на:	9
1.1. Дооснащение приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным оборудованием стоимостью свыше 1 млн. рублей	9
1.2. Обеспечение доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации.....	10
1.3. Заключение договоров с внешними пользователями и их выполнение.	11
1.4. Развитие системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП.....	11
2. Обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ.	13
3. Закупка расходных материалов и комплектующих (воздушные фильтры для чистых помещений, газы для приборов: масс-спектрометр iCAP Q, Novaterm, 1200, Tecnaï G30).	13
4. Подведение итогов этапа.....	13
5. Работы, выполняемые за счет внебюджетных средств	15

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящем отчете о НИР применяют следующие обозначения и сокращения:

НИР – научно-исследовательская работа

ИК РАН – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова Российской академии наук

ЦКП – Центр коллективного пользования

ОАО «НИЦПВ» – Открытое акционерное общество «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума»

СИ – средства измерений

МВИ – методика выполнения измерений

Введение

ЦКП ИК РАН создан в 2002 г. В результате выполнения пяти Государственных контрактов №02.451.11.7003 (2005-2006 гг.), №02.552.11.7011 (2007-2008 гг.), №02.552.11.7023 (2008-2009 гг.), №02.552.11.7062 (2009-2010 гг.), №16.552.11.7041 (2011-2012) №16.552.11.7077 (2012-2013) и в рамках программ ФЦНТП существенно пополнился парк контрольно-измерительного оборудования ЦКП ИК РАН. Однако потребности постоянно развивающейся науки о наноматериалах, развитие нанотехнологий и продукции наноиндустрии выдвигают новые требования к расширению и углублению научных исследований наноматериалов, совершенствованию методов структурной нанодиагностики, к обеспечению единства измерений и стандартизации в области нанотехнологий и продукции наноиндустрии.

Темой настоящего соглашения является «Комплексное развитие центра коллективного пользования научным оборудованием "Структурная диагностика материалов" ИК РАН в рамках реализации федеральной целевой программы "Исследования и разработка по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы"»

Работа второго этапа заключалась в выполнении Программы развития ЦКП, в том числе обосновании целесообразности дооснащения ЦКП и приобретения нового прибора и дооснащение имеющегося (растровый электронный микроскоп FEI Scios, CCD камера для просвечивающего электронного микроскопа FEI Osiris); проведении мероприятия по заключению договоров на закупку оборудования, материалов и комплектующих и их выполнения; обеспечении подготовки научных кадров высшей квалификации ЦКП; обеспечение доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации, повышении уровня научных исследований за счет применения нового современного оборудования, модернизации имеющегося и разработки новых методик измерений; осуществлении научно-методического и приборного обеспечения научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации и зарубежными; мероприятия по развитию внутренней и международной кооперации ЦКП в научной и инновационной сферах; содержание ремонт научного оборудования; развитие метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП, и проведении работ выполняемых за счет внебюджетных средств: дооснащение рентгеновского дифрактометра Rigaku Miniflex600, приобретенного в рамках первого этапа и ремонт помещений для установки

закупаемого просвечивающего электронного микроскопа; составлении промежуточного отчета.

1. Реализация программы развития ЦКП «Структурная диагностика материалов» на 2014-2015 годы, включающей комплекс мероприятий направленных на:

1.1. Дооснащение приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным оборудованием стоимостью свыше 1 млн. рублей

Была обоснована целесообразность дооснащения парка приборов ЦКП ИК РАН новым растровым электронным микроскопом FEI Scios:

В последнее десятилетие произошел качественный скачок и в растровой микроскопии. Для решения многих задач необходимы приборы, использующие совместно источники электронов и ионов, оснащенные спектрометрами рентгеновского излучения, системами для локального напыления и травления материалов, микро- и нано-манипуляторами. Такие приборы представляют собой мощную комбинацию необходимых технических решений, позволяющих проводить фундаментальные и прикладные исследования в области физики, химии и биологии, в том числе поверхностных процессов на в нано- и субмикронных диапазонах на самом современном уровне. Важным применением таких установок является литография сфокусированным ионным пучком, основанная на кинетическом травлении поверхности ионами галлия. Благодаря высокому технологическому уровню таких установок возможно оперативное создание шаблонов и получение необходимых структур в течение короткого времени, а наличие электронного пучка делает возможным непосредственный контроль качества получаемых структур в процессе их травления или напыления. Все это делает растровый электронно-ионный микроскоп необходимым инструментом для формирования различных наноструктур в размерном диапазоне от единиц до сотен нанометров. Например, в последние несколько лет сотрудниками ИК РАН на подобных установках, было успешно проведено изготовление субволновых фотонных структур путем травления металлических пленок сфокусированным ионным пучком. Были изготовлены структуры различного типа - одномерные субволновые решетки, состоящие из параллельных щелей с аспектным соотношением глубина/ширина до 5/1 и более, квадратные субволновые решетки цилиндрических отверстий. Компактность, простота и возможность прямого дизайна оптических свойств за счёт изменения размеров и формы металлической наноструктуры обеспечивают подобным наноматериалам широкие перспективы в фотонике, оптоэлектронике и информационных технологиях. Имеющиеся в ИК РАН опыт и

методики изготовления фотонных структур являются уникальными для России и привлекают широкий интерес коллег.

Закупаемый растровый электронно-ионный микроскоп позволит обеспечить большое количество заказов сторонних исследователей. Будут решаться такие задачи как: изготовление поперечных срезов различных образцов, для определения их внутренней структуры, изучение с высоким разрешением биологических образцов, изготовление оптических субволновых структур методом ионной литографии, изготовление качественных образцов для высокоразрешающей электронной микроскопии, а также различные задачи по грантам РФФИ, грантам Российского научного фонда и многие другие задачи в рамках приоритетных направлений развития науки и технологий РФ. В совокупности с приобретенным новым просвечивающим электронным микроскопом, растровый электронный микроскоп с ионной пушкой, позволит выйти на качественно иной уровень в проведении работ в области nanoиндустрии и нанотехнологий, а также при решении аналогичных задач в интересах как внутренних, так и внешних пользователей.

Было подготовлено техническое задание и проведен конкурс.

1.2. Обеспечение доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации.

В рамках выполнения этапа соглашения для обеспечения доступности и востребованности оборудования ЦКП для сторонних организаций и организаций-пользователей были проведены следующие работы:

- расширено качество предоставляемых услуг за счёт разработки и аттестации двух новых методик (выполнения измерений), а также за счёт проведения аттестации чистых климатических зон Центра с получением сертификатов;

Совместно с подразделениями базовой организации было проведено большое количество научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ. В период с 01 января (начала второго этапа) было подано более 15 заявок от внутренних пользователей на исследования различных материалов (кристаллов, нанокристаллов, тонких пленок). С использованием оборудования ЦКП были выполнены работы по тематикам бюджетного финансирования ИК РАН:

Развитие методов диагностики неорганических, органических и биоорганических материалов с использованием рентгеновского и синхротронного излучений, электронов и нейтронов

Создание, изучение структуры и свойств органических и биоорганических материалов.

Изучение структуры и свойств наноматериалов с использованием электронов и атомно- силовой микроскопии.

Теоретическое моделирование структуры и свойств неорганических, органических и биологических материалов.

Исследования процессов образования кристаллических материалов, их дефектной структуры и свойств, в том числе под влиянием внешних воздействий.

Новые кристаллические и функциональные материалы.

47 грантам РФФИ, 16 грантам президиума РАН и 6 соглашениям с Минобрнаукой.

1.3. Заключение договоров с внешними пользователями и их выполнение.

В ходе реализации программы развития на 2014-2015 годы с начала 2015 года о предоставлении субсидии были проведены или продолжаются работы по 12 договорам и соглашениям с внешними организациями-пользователями научным оборудованием ЦКП «Структурная диагностика материалов». Две организации являются международными организациями-пользователями.

1.4. Развитие системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП

Участие сотрудников ЦКП ИК РАН в конференциях и/или выставках для привлечения потенциальных внешних пользователей

Сотрудники ЦКП ИК РАН «Структурная диагностика материалов» приняли участие более чем в 5 международных конференциях, где ими были сделаны устные и стендовые доклады о научных результатах, полученных с использованием оборудования Центра, выпущены соответствующие сборники тезисов и докладов. Проводилось привлечение потенциальных внешних пользователей оборудованием ЦКП. Далее приводятся примеры тезисов сотрудников ЦКП, участвовавших в трех конференциях.

Аттестация ЧЗ

В рамках развития системы нормативно-методического обеспечения были получены следующие результаты:

В ходе выполнения работ второго этапа специалистами ИК РАН проведена подготовка чистых помещений центра к проведению периодических аттестационных работ.

Подготовка к проведению указанных работ включала:

- оценку технического состояния ЧЗ;
- проведение (при необходимости) профилактических работ;
- подготовку средств аттестации (настройка вентиляционных систем, подготовка спецкостюмов);
- подготовку необходимой нормативной документации;

В результате, к проведению аттестационных работ были подготовлены чистые помещения Центра.

Была проведена аттестация чистых помещений центра. Получена вся необходимая документация.

Были разработаны, утверждены и аттестованы новые методики выполнения измерений на оборудовании Центра: «Толщины слоев эпитаксиальных структур и тонких пленок на поверхности кристаллических подложек. Методика измерений с помощью рентгеновского дифрактометра SmartLab»; «Параметры элементарной ячейки монокристаллов в области температур от 80 до 500 К. Методика измерения с помощью четырехкружного дифрактометра XcaliburS, оснащенного криосистемой Cobra». Далее представлены копии свидетельств об аттестации методик (методов) измерений. Полный текст отчета о развитии системы нормативно-методического и метрологического обеспечения деятельности ЦКП, включающий полный текст разработанных методик, размещен в конце данного отчета как Приложение 3.

В рамках развития системы информационного обеспечения были получены следующие результаты:

Разработана и введена в эксплуатацию пробная версия нового сайта.

1.5. Развитие кадрового потенциала ЦКП за счет обучения работе на установленном новом оборудовании и освоения новых методик измерения.

Были проведены работа по повышению уровня квалификации сотрудников ЦКП по разработанному в ИК РАН практикуму. Прочитан курс лекций для молодых сотрудников, проведены лабораторные практикумы на оборудовании ЦКП. Проходят курсы по обучению самостоятельной работе на приборах ЦКП для сотрудников института и внешних пользователей.

Было проведено расширение коллектива ЦКП кадрами высшей квалификации, в том числе инженерами по работе с оборудованием и молодыми специалистами для решения самых современных научных задач. На работу в Центр были приняты 2 новых сотрудника, официально взявших на себя функции ответственных за вновь приобретенные приборы Центра. В рамках подготовки к молодежной научной школе СИН-нано 2015 были разработаны или доработаны программы практикумов для молодых сотрудников на оборудовании ЦКП «Структурная диагностика материалов».

2. Обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ.

В ходе проведения работ по этапу 2 Соглашения были достигнуты все значения индикаторов и показателей выполнения работ. Достигнутые значения индикаторов и показателей результативности соответствуют требованиям Соглашения о предоставлении субсидии.

3. Закупка расходных материалов и комплектующих.

Для обеспечения работоспособности оборудования ЦКП была проведена закупка необходимых материалов и комплектующих.

4. Подведение итогов этапа

На втором этапе Соглашения были выполнены следующие работы:

Проведены мероприятия по реализации Программы развития ЦКП на 2014-2015 годы согласно утвержденному графику.

Для дооснащения приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным оборудованием стоимостью свыше 1 млн. рублей составлено техническое задание, подготовлена конкурсная документация, размещен и проведен конкурс и осуществлена поставка растрового электронного микроскопа, дооснащен просвечивающий электронный микроскоп FEI Osiris.

В рамках развития системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения запущена пробная версия нового сайта ЦКП ИК РАН. Проведена аттестация чистых помещений Центра, разработаны две новые методики выполнения измерений на приборах ЦКП.

Для обеспечения доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации были добавлены две новые услуги Центра.

Для проведения совместных исследований с подразделениями базовой организации и внешними пользователями в рамках приоритетных направлений науки и техники были приняты к исполнению и выполнены заявки от внутренних и внешних пользователей.

Сотрудники ЦКП приняли участие в работе 5 международных и российских конференций, на которых распространялись информационные материалы о деятельности ЦКП.

Были проведены работа по повышению уровня квалификации сотрудников ЦКП по разработанному в ИК РАН практикуму. Прочитан курс лекций для молодых сотрудников, подготовлены программы лабораторных практикумов на оборудовании ЦКП. Проходят курсы по обучению самостоятельной работе на приборах ЦКП для сотрудников института и внешних пользователей.

Проводилась работа по обеспечению достижения значений индикаторов и показателей работ на 2 этапе.

Была проведена закупка расходных материалов и комплектующих.

Подведены итоги второго этапа и разработан промежуточный отчет.

Полученные результаты позволили существенно улучшить работу Центра, посредством обновления и омоложения приборного парка ЦКП новым современным оборудованием, отвечающим высоким требованиям развития современной науки и техники во всём мире. Дооснащение имеющегося оборудования Центра расходными материалами и комплектующими, а также его модернизация и ремонт вышедшего из строя оборудования позволили повысить точностные характеристики работы ЦКП, поддержать работу приборов Центра на высоком уровне. Развитие кадрового потенциала ЦКП ИК РАН, а также его информационной, метрологической и методологической составляющей обеспечили расширение списка услуг, предоставляемых Центром, привлечение большего числа коммерческих организаций-пользователей, в том числе международных, повышение доступности и востребованности предоставляемых услуг

ЦКП ИК РАН. Достигнутые значения показателей результативности соответствуют требованиям Соглашения о предоставлении субсидии.

5. Работы, выполняемые за счет внебюджетных средств

В ходе выполнения второго этапа Соглашения были проведены работы за счет внебюджетных средств.

Заключение

На втором этапе выполнения Соглашения были проведены работы по реализации Программы развития ЦКП на 2014-2015 годы.

Для дооснащения приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным оборудованием стоимостью свыше 1 млн. рублей составлено техническое задание, подготовлена конкурсная документация, размещен и проведен конкурс и осуществлена поставка растрового электронного микроскопа FEI Scios, дооснащен просвечивающий электронный микроскоп FEI Osiris и рентгеновский дифрактометр Rigaku Miniflex 600.

Проведены калибровочные и поверочные работы для имеющегося оборудования ЦКП. Перечень услуг ЦКП ИК РАН пополнен двумя новыми услугами (выполнение измерений на установке электрических характеристик; определение размера микрочастиц на анализаторе).

Разработаны две новые методики выполнения измерения и калибровки.

Проведены работы в интересах внешних пользователей научным оборудованием ЦКП, в том числе двух международных, исполнено 15 заявок внутренних пользователей.

Проведено обучение сотрудников ЦКП новым методикам измерения примесного состава материалов на масс-спектрометре.

Состав отчётной документации соответствует требованиям Соглашения о предоставлении субсидии, в том числе Техническому заданию и Плану-графику исполнения обязательств, а также нормативной документации.

Оформление предъявленной отчётной документации соответствует требованиям Соглашения о предоставлении субсидии и нормативной документации.

Достигнутые значения показателей результативности соответствуют требованиям Соглашения о предоставлении субсидии.