

ПРИ ФИНАНСОВОЙ ПОДДЕРЖКЕ
РОССИЙСКОГО ФОНДА
ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПРОЕКТ № 18-02-20090



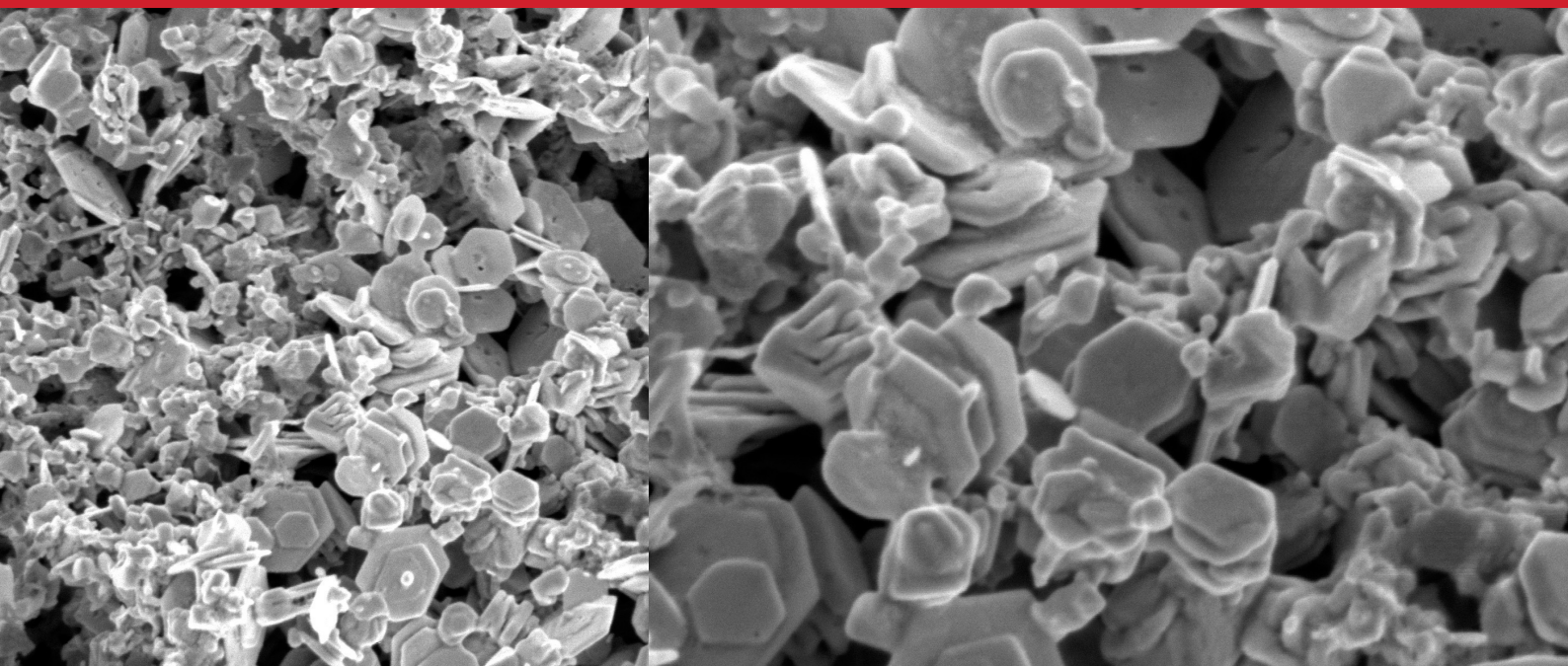
XXVII

Российская
конференция
по электронной
микроскопии

ПАМЯТИ ВЫДАЮЩЕГОСЯ УЧЁНОГО
ЧЛЕНА-КОРРЕСПОНДЕНТА РАН
Н.А. КИСЕЛЕВА

Сборник тезисов

Том 1



crys.ras.ru/rcem

RCEM 2018

28–30 августа
Черноголовка

УДК 537.533.35

XXVII Российская конференция «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нано-биоматериалов». Черноголовка, 28-30 августа 2018г. Том 1. 2018.- 426 с.

В сборнике опубликованы материалы XXVII Российской конференции «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нано-биоматериалов», прошедшей 28-30 августа в Московской области, г.Черноголовка.

Представлены тезисы докладов в соответствии с тематическими секциями: новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа; новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений; электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов; другие применения электронной микроскопии и комплементарных методов; электронная микроскопия в химии, геологии и метеоритоведении; растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ; крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине; сканирующая зондовая микроскопия; электронная и ионная литография; микроскопия в современных технологиях; методы электронной микроскопии и микроанализа в исследовании предметов культурного наследия.

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

© 2018, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Содержание

Организационный комитет	28
Програмный комитет	29
Программа	30
28 августа 2018 года	37
Приглашенные доклады	37
Кинетика атомных перестроек на примере графена	
А. Чувилин	38
Electron Microscopy of Microstructural Development in Powder Bed Additive Manufacturing of Alloy Components	
Y. Sun, R.J. Hebert, M. Aindow	40
Study of the order of the domains in the matrix of the Al-Co-Cr-Fe-Ni high entropy alloy	
Louisa Meshi , Lior Natovitz, Guy Hillel, Yatir Linden , Shay Salhov, Malki Pinkas	41
Просвечивающая электронная микроскопия сомкнутых нанопроволок GaN	
Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков, V.M. Kaganer, S. Fernández-Garrido, O. Brandt	43
Определение кристаллической структуры новых фаз методами высокоразрешающей ЭМ	
Васильев А.Л.	45
Новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа.	
Новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений	47
Трехмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов	
Е.Б. Модин	48
Лоренцева микроскопия наноразмерных цилиндрических магнитных доменов	
С.А. Гусев ¹ , Д.А. Татарский	49

Двухпоточковая модель транспорта пучка электронов РЭМ в веществе при многократном рассеянии: применение в задачах рентгеноспектрального микроанализа	
Н.Н. Михеев	51
К решению обратной задачи электронно-микроскопичес- кой томографии. Итеративные алгоритмы на примере кристалла с точечным дефектом кулоновского типа	
П.В. Конарев, Ф.Н. Чуховский, В.В. Волков	53
Приглашенные доклады	55
Моделирование и электронно-микроскопическое наблюдение нано-дефектов в материалах для термоядерных реакторов	
С Л Дударев	56
Структурные исследования металлосодержащих наночастиц методами электронной кристаллографии	
Авилов А.С	57
Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов	59
Электронная микроскопия границ раздела тонких пленок ЦТС/ТБС	
О.М. Жигалина, А.Н.Кускова, Д.Н. Хмеленин	60
Выявление мезопор в цеолите методами электронной микроскопии и фокусированного ионного пучка	
В.Н. Кукин, Р.Л. Волков, Н.И. Боргардт, И.И. Иванова, П.А. Коц	62
Другие применения электронной микроскопии и комплементарных методов	64
Анализ тонких сегнетоэлектрических плёнок на основе $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$ методами просвечивающей электронной микроскопии	
С.С. Зарубин, Е.И. Суворова, А.А. Чуприк, Ю.А. Матвеев, А.Г. Черникова, А.М. Маркеев, А.В. Зенкевич	65

Влияние высокоэнергетичного тяжелоионного облучения на наномасштабное состояние перспективных титановых сплавов и дисперсно-упрочненной оксидами стали С.В. Рогожкин, А.А. Богачев, А.А. Никитин, А.Л. Васильев, М.Ю. Пресняков, В.А. Скуратов, М. Tomut, Ch. Trautmann	67
Микроструктурный анализ сверхпроводящей ленты на основе YBCO после радиационного облучения ионами ^{131}Xe различными энергиями А.В. Овчаров, И.А. Каратеев, Е.И. Суворова, В.А. Скуратов, А.Л. Васильев	69
29 августа 2018 года	71
Приглашенные доклады	71
Profile Imaging: 35 years old and still truckin L. D. Marks	72
Ultrafast electron diffraction and electron microscopy: Present status and future prospects S.A. Aseyev, A.S. Avilov, V.N Bagratashvili, S.V. Chekalin, V.O. Kompanets, B.N. Mironov, V.Ya. Panchenko, E.A. Ryabov, A.A. Ischenko	73
Mapping Atomic Motions with Ultrabright Electrons: Realization of the Chemists' Gedanken Experiment R. J. Dwayne Miller	75
Сверхбыстрая электронная дифракция и динамическая просвечивающая электронная микроскопия в Институте спектроскопии РАН С.А. Асеев, С.В. Андреев, А.А. Ищенко, В.О. Компанец, О.В. Мисочко, Б.Н. Миронов, С.В. Чекалин, Е.А. Рябов	77
STATE OF THE ART TEM PRECESSION DIFFRACTION TECHNIQUES : FROM 3D	

DIFFRACTION TOMOGRAPHY TO ORIENTATION IMAGING	
Stavros Nicolopoulos	79
Электронная микроскопия в химии, геологии и метеоритоведении	81
Возможности электронной микроскопии в изучении лунного грунта	
Мохов А.В.	82
Диагностика и изучение природных высокотемпературных стёкол методами электронной микроскопии	
Т.А.Горностаева, П.В. Флоренский	84
О роли современных методов электронной и микронзондовой микроскопии в изучении техногенных отложений Мутновского геотермального комплекса (Южная Камчатка)	
И.И. Чернев, В.М. Округин, В.В. Козлов, С.В. Москалева, Е.Ю. Плутахина, Т.М. Философова, В.М. Чубаров, М.В. Чубаров, К.О. Шишканова, Д.А. Яблокова, О.А. Зобенько, М.В. Лукашева, Скильская Е.Д.	86
Приглашенный доклад	88
Исследование дефектов упаковки в 4H-SiC методами РЭМ	
В.И. Орлов, Е.Е. Якимов, Е.Б. Якимов	89
Растровая электронная и ионная микроскопия	91
In-situ исследования в РЭМ	
Исследование влияния облучения электронным пучком в РЭМ на дислокации, введенные при индентировании GaN	
П.С. Вергелес, Е.Б. Якимов, В.И. Орлов	92

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ НАНО-ПРОВОЛОКИ
 РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ: ЭЛЕКТРОННАЯ
 МИКРОСКОПИЯ С ЭЛЕМЕНТНЫМ АНАЛИЗОМ
 Д.Л.Загорский, В.В.Артёмов, С.А.Бедин, И.М.Долуденко,
 А.С.Шаталов, С.А.Хечумян 94

Исследование морфологии поверхности и эффективности
 гетеропереходных фотоэлектрических преобразователей
 на основе квазиоднокристаллических кремниевых
 пластин
 В.Н. Вербицкий, Д.В. Жилина, И.А. Няпшаев, Е.И.
 Теруков 96

**Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной
 сканирующей микроскопии в биологии и медицине 98**

Ультраструктура жгутиков *Helicobacter pylori*.
 В.Г. Жуховицкий, Т.А. Смирнова, Н.В.Шевлягина,
 Л.В.Диденко 99

Особенности компактизации хроматина в хромосомах
 растений с гигантским геномом
 Е.В. Шеваль 101

Визуализация комплекса аденовирусной ДНК (ОА7) с
 концевыми белками.
 Лисицын Ф.В., Манькин А.А.,
 Revet В., Народицкий Б.С. 102

Структурные преобразования мезенхимальных
 стволовых клеток при контакте с биоактивными
 покрытиями на имплантатах
 Н.Г. Плехова, И.Н. Ляпун, Е.И. Дробот, Д.В. Шевчук,
 С.В. Зиновьев, С.В. Гнеденков, С.Л. Синебрюхов, А.В.
 Пузь 104

Ультраструктура внутриклеточных органелл при
 апоптозе
 Е.С. Снигиревская,
 А.В. Мошков, Я.Ю.Комиссарчик 106

Новый механизм формирования амилоидных фибрилл О.М. Селиванова, А.К. Сурин, В.В. Рогачевский, М.Ю. Суворина, А.В. Глякина, О.В. Галзитская	108
Маркеры нарушения функции нервной системы у пациентов с болезнью Альцгеймера и прионными заболеваниями: ультраструктурные и наноскопические исследования А.Н. Асташок, Н.Н. Полещук, Т.В. Докукина	110
Особенности ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа (<i>Heterocephalus glaber</i>) Л.Е. Бакеева, В.Б. Вайс, И.М. Вангели	113
Особенности ультраструктуры покровов криобиотической пиявки <i>Ozobranchus jantseanus</i> . (Annelida; Hirudinea; Rhynchobdellida) С. В. Кузнецова, Д. Сузуки, В.Г. Евтюгин, В.Сальников, Р. Корнетт, Т. Кикавада, О. А.Гусев	115
30 августа 2018 года	117
First woven covalent organic framework solved using electron crystallography Peter. Oleynikov	118
Сканирующая зондовая микроскопия	120
Совместное использование методов сканирующей силовой микроскопии для определения электрофизических параметров индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок Н.А. Давлеткильдеев, Д.В. Соколов, В.В. Болотов, И.А. Лобов	121
Изучение морфологии поверхности идкокристаллического сополимера при фазовых переходах методом АСМ О.В. Сеницына, А.Ю. Бобровский, Г.Б. Мешков, И.В. Яминский, В.П. Шibaев	123

Электронная и ионная литография.	
Микроскопия в современных технологиях	125
Оптимизация электронно-оптических систем электронно-лучевых литографов и растровых электронных микроскопов	
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	126
Литография сфокусированным ионным пучком с использованием усиленного травления неорганических тонких пленок	
Ю.В. Петров, Е.А. Григорьев, Т.В. Шаров, А.П. Барабан	128
Методы электронной микроскопии и микроанализа в исследовании предметов культурного наследия	130
СРЕДНЕВЕКОВЫЕ ПИСЬМЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ: КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ, МИКРОАНАЛИЗА И ДРУГИХ КОМПЛЕМЕНТАРНЫХ МЕТОДОВ.	
Е.А. Созонтов, Н.Н. Колобылина, Э.А. Грешников, С.Н. Малахов, Е.Б. Яцишина	131
Применение электронной микроскопии при исследовании произведений искусства.	
И.Ф. Кадикова, С.А. Писарева, Е.А. Морозова	133
СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ	135
Секция 1. Новые методы просвечивающей/растровой электронной микроскопии, электронной дифракции и микроанализа. Новые приборы, элементы электронной оптики, детекторы и обработка изображений.	136
Разработка и применение программного модуля для определения ориентации кристаллитов в ГПУ- материалах	

Е.В. Алексеева, Е.А. Кулешова, А.С. Фролов, Д.В. Сафонов	137
Оценка нагрева поверхности однородной металлической мишени электронным зондом	
А.Н. Амрастанов, Е.В. Серегина, М.А. Степович	139
Использование методов и средств лазерной нанометрии в прикладных технологиях: неразрушающий контроль и техническая диагностика (НКТД)	
А.В. Васильева, С.А. Дарзбек, Ж.Е. Желкобаев, М.А. Фурдилова, Р.Х. Царбаев	141
Новый подход к вопросу о нормировке интенсивности рассеяния электронов на аморфных образцах	
Васин О.И., Правдюк В.П., Кулаков А.А.	142
Использование преобразования Фурье при анализе изображений доменной структуры кристаллов семейства триглицинсульфата	
В.С. Глухов	144
Определение ОС и плоскостей сопряжения γ -силицидов с матрицей на основе твердого раствора Nb методами просвечивающей электронной микроскопии	
А.В. Заводов, Д.В. Зайцев, Светлов И.Л., Кузьмина Н.А	145
Арсенид галлиевые матричные сенсоры для электронной микроскопии	
А.Н. Зарубин, И.И. Колесникова, А.Д. Лозинская, Т.А. Михайлов, В.А. Новиков, О.П. Толбанов, А.В. Тяжев, А.В. Шемерянкина, И.Д. Щербаков, П.С. Щербаков	147
Анализ характеристик тракта регистрации сигналов РЭМ по видеоизображениям	
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	149

Расчет электронно-оптической системы РЭМ с LaB_6 катодом	
В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	151
Температурная зависимость теплового структурного фактора металлов в модели гладкого нелокального модельного потенциала	
Крисько О.В ¹ Скоробогатова Т.В	153
Новые подходы к прецизионным измерениям электронограмм	
А.К. Кулыгин, А.С. Авилов, В.. Новикова, К.В. Кулыгин, Г.Г. Лепешов	155
Моделирование электростатической объективной линзы растрового электронного микроскопа	
И.Г. Курганов	157
ДИФРАКЦИЯ ЭЛЕКТРОНОВ ОТ НАНОПЛЕНОК, ИСКРИВЛЕННЫХ ВОКРУГ СЛУЧАЙНЫХ ОСЕЙ	
М.Г. Кязумов, Л.В. Рустамова	159
Влияние контаминации на параметры выступа в высоковольтном РЭМ	
Ю.В. Ларионов	161
Осаждение контаминационной пленки на выступ в низковольтном РЭМ	
Ю.В. Ларионов, Озерин Ю.В	163
Особенности формирования муара на электронно-микроскопических изображениях квантовых точек, содержащих дислокации	
Л.А. Сокура, В.Н. Неведомский, Н.А. Берг	165
Аналитическое выражение для описания осцилляций интенсивности зеркального рефлекса от поверхности растущей гетероэпитаксиальной пленки	
С.М. Шкорняков	167

Секция 2. Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине.	168
Colonization strategy of Solanaceae plants by the phytopathogen <i>Pectobacterium atrosepticum</i> SCRI1043 A.G. Daminova, V.Y. Gorshkov, M.V. Ageeva, O.E. Petrova, P.V. Mikshina, Y.V. Gogolev	169
Ultrastructural analysis of yeast <i>Candida guilliermondii</i> VP-4 during cultivation at nitrogen deficiency K. Hovnanyan, L. Navasardyan, S. Marutyan, M. Hovnanyan, H. Gasparyan, A. Trchounian	171
Membrane protein structure determination from twinned data using X-ray free electron laser E. Marin, A. Luginina, A. Gusach, A. Mishin, K. Kovalev, V. Borshchevskiy, V. Cherezov	173
Биокоррозионные повреждения конструкционных алюминий-магниевых сплавов, исследования методами РЭМ с помощью ППК Т.А. Алехова, А.Л. Васильев, Н.А. Загустина, Т.Ю. Новожилова, Н.С. Чвалун	175
Сканирующая электронная микроскопия клинических изолятов <i>Staphylococcus aureus</i> после воздействия антибактериальных препаратов разных групп С.Г. Андреевская, Н.В. Шевлягина, Д.Р. Псеунова	177
Электронная микроскопия как инструмент экспресс диагностики вирусных заболеваний сельскохозяйственных растений Е. А. Ахатов, А. А. Маныкин	179
Микроморфологические особенности поверхности листьев некоторых видов рода <i>Elitrigia</i> (Poaceae) А.В. Бабоша, П.О. Лошакова, В.П. Упелниек	181

Низкоинтенсивное лазерное излучение не индуцирует опухолевый рост (Электронномикроскопические исследования)	
И.М. Байбеков, А.Х. Бутаев	183
Ультраструктура слизистой оболочки полости рта при протезных стоматитах и лазерных воздействиях	
И.М. Байбеков, М.М. Ирханов, М.Г. Аббасова	185
Исследование пространственной организации макромолекулярных комплексов методами крио-электронной томографии	
Т.Н. Баймухаметов, Ю.М. Чесноков, Ж.А. Афолина, А.Г. Мясников, А.Л. Васильев	187
Исследование цианобактерии <i>Arthrospira platensis</i> методом атомно-силовой микроскопии	
А.В. Боков, П.В. Лямкин, М.А. Коннычев, С.В. Рогожкин, С.В. Степанов, В.С. Столбунов	189
Применение иммуноцитохимии «post-embedding» в исследовании натрийуретических пептидов	
М.Л. Бугрова, М.В. Галкина, Е.И. Яковлева	191
Электронная микроскопия взаимодействия шовного материала с тканями кожных ран под влиянием лазерного и светодиодного излучения	
А.Х. Бутаев, Д.Н. Мардонов	193
Особенности анатомической структуры листовых пластинок пшениц, полученных в результате межвидовых скрещиваний	
М.М. Геворкян, А.В. Бабоша, П.О. Лошакова, В.П. Упелниек	195
Иммуноцитохимическое исследование распределения транспортеров глюкозы SGLT1 и GLUT2 в энтероцитах с применением электронной и конфокальной микроскопии	
Н.М.Грефнер, Л.В.Громова, Я.Ю.Комиссарчик	197

Электронная микроскопия суспензии вируса гриппа А/Aichi/(H ₃ N ₂) обработанных полиоксометаллатами различного состава (ПОМ). Гущина Е.А, Лисицын Ф.В. ¹ , Лопатина О.А, Суэтина И.А., Исаева Е.И., Ковалевский Ц.А, Буданов Б.А., Даличик Ф.А., Мезенцева М.А.	199
Умножение центриолей в клетках мерцательного эпителия у архоофорных и неоофорных турбеллярий И.М. Дробышева	201
Наноструктурированные подложки для подсчета бактерий, полученные методом ионной имплантации В.Г. Евтюгин, А.М. Рогов, Л.Р. Валеева, В.В. Сальников, Ю.Н. Осин, В.Ф. Валеев, В.И. Нуждин, А.Л. Степанов	203
Создание тонких плёнок на основе хитозана для биомедицинского применения Ю.В. Жуйкова, А.А. Зубарева, В.П. Варламов	205
Применение сканирующей электронной микроскопии при микробиологической диагностике бактериемии В.Г. Жуховицкий, С.Г. Андреевская, Т.М. Мругова, И.В. Качалова	207
Электронно-микроскопическая характеристика диагностического значения флеботомии левой каудальной легочной вены белых крыс С.В.Зиновьев, Н.Г. Плехова, И.В. Радьков	209
Изучение морфологии спор <i>Brevibacillus laterosporus</i> с помощью электронной микроскопии М.В. Зубашева, Т.А. Смирнова, Н.В. Шевлягина, В.Г. Жуховицкий	211
Электронно-микроскопический анализ кристалломорфологических картин в биологических жидкостях А.И.ИВАНОВА, Л.А.КУРБАТОВА	213

- Оценка морфофункциональных свойств уропатогенных штаммов *Escherichia coli* методом атомно-силовой микроскопии
 А.В. Казанцев, П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, Н.А. Осина, А.С. Абдрашитова 215
- Ультраструктура адренкортикоцитов при профилактическом применении низкоинтенсивного электромагнитного излучения в условиях радиации
 Ю.Н.Королев, М.С. Гениатулина, Л.А.Никулина 217
- Ультраструктурные изменения в клетках Сертоли и сперматогониях при действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения в условиях радиации
 Ю.Н.Королев, М.С. Гениатулина, Л.А.Никулина 219
- Особенности ультраструктуры хлоропластов в клетках перикарпия *Malus Mill.* (Rosaceae), произрастающих в горах
 Т.Х. Кумахова 221
- Различие морфометрических параметров и ультраструктурной организации клеток химерных бластоцист, полученных методами инъекции или агрегации с эмбриональными стволовыми клетками
 Л. А. Сульдина, Е.А. Кизилова, К.Н Морозова, Е.В. Киселева 223
- Трёхмерная организация ядрышкового домена в пространстве соматического ядра инфузории *Didinium nasutum* и локализация ключевых ядрышковых белков в нём
 О.Г.Леонова, Б.П.Караджян, С.О. Скарлато, В.И.Попенко 225
- Применение криофиксации для подготовки водорослей к исследованию методом сканирующей электронной микроскопии
 С.Е. Мазина, Д.В. Шушпанова, Е.В. Козлова,

А.В. Боков	227
Эжекция фаговой ДНК через отросток под действием формамида.	
Манькин А.А., Лисицын Ф.В	229
Применение аналитического РЭМ для выявления кристаллоносных клеток в тканях растений и определения их элементного состава	
С.М. Мотылева	231
Перспективы использования растровой электронной микроскопии в систематике тропических ветвистоусых ракообразных (Crustacea: Cladocera)	
А.Н. Неретина	233
Ультроструктурные изменения плаценты при антенатальной гибели плода	
С.В.Пичугова, Л.Г. Тулакина, Т.Л.Савинова, Л.М. Лебедева, Я.Б. Бейкин	235
Электронно-микроскопическое изучение биоплёнок, образуемых <i>Bacillus cereus</i>	
З.С. Плиева, Т.А. Смирнова, С.Г. Андреевская, В.Г. Жуховицкий	237
Электронномикроскопическое изучение штаммов <i>Bacillus cereus</i> различного происхождения	
З.С. Плиева, Т.А. Смирнова, С.Г. Андреевская, Н.В. Шевлягина, И.А. Богданов, В.Г. Жуховицкий	239
Исследование биокоррозии образцов алюминий-магниевых методами сканирующей лазерной микроскопии и рентгеновской томографии, влияние коррозии на прочностные характеристики сплавов АМг6 и 1570	
А.Д. Плотников, Т.А. Алехова, Е.Ю. Корнеева, Т.Ю. Новожилова, Н.А. Загустина	241
Исследование полимерных покрытий биodeградируемых стентов	

А.Ю. Рашковский, А.П. Рыжов, Т.Г. Дмитриева	243
Ассоциация каналов TRPV6 с липидными рафтами в клетках Jurkat	
С.Б. Семенова, Л.В. Кевер, Я.Ю. Комиссарчик	245
Ультраструктурная гетерогенность онкоцитом почек человека	
Е.А. Смирнова, И.А. Букаева, С.Д. Бежанова, Т.А. Иванова	247
РЭМ и конфокальные исследования дистальных отделов половой системы пресноводных моллюсков	
Е.В. Солдатенко, А.А. Петров	249
Оценка влияния температуры на морфологию клеток бактерий <i>Yersinia pestis</i> методом атомно-силовой микроскопии	
Д.В. Уткин, Е.Г. Булгакова, П.С. Ерохин, О.С. Кузнецов, В.Е. Куклев, Н.А. Осина	251
Компенсаторные механизмы в слизистой оболочке полости рта у жвачных животных	
Р.М. Хацаева	253
Морфология скелетных мышц крыс при моделировании динамической физической нагрузки и действия L-карнитина	
И.А. Хуторская, В.П. Балашов, В.Г. Евтюгин, Г.Ф.Шаймарданова, В.Н. Абрамов, Н.Г. Герасимова	255
РЭМ-морфология пениальной папиллы как важный диагностический признак в систематике заднежаберных моллюсков	
Е.М. Чабан, Е.В. Солдатенко	257
Фрактальный анализ биокompозита на основе высокопористого ячеистого материала	
А.Ю. Чуфаров, И.Г. Григоров	259
Влияние длительного космического полета на состояние миелиновых волокон спинного мозга	

и седалищного нерва мышцы	
Г.Ф. Шаймарданова, О.В. Тяпкина, П.Н. Резвяков, Р.Р. Исламов, Е.Е. Никольский	261
Ультраструктура дермальных желез водяного клеща <i>Limnochares aquatica</i> (L., 1758) (Acariformes, Limnocharidae) и их функциональное значение	
А.Б. Шатров	263
Особенности структурной организации мышечных клеток червей-волосатиков <i>Gordionus alpestris</i> .	
Ч.М. Эльдаров	265
Растровая микроскопия децеллюризированного лёгкого крысы для использования в тканевой инженерии и культивировании клеток	
А.А. Яценко, С.С. Целуйко, Е.М. Устинов, Д.В. Леонов, В.А. Кушнарев	266
Секция 3. Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов	268
Phase composition of heat-resistant nickel-base alloy in additive manufacturing	
М. V. Rashkovets, А. А. Nikulina	269
Исследования слоёв и наночастиц пористого кремния (por-Si) методом электронной микроскопии	
Е.Н. Абрамова, В.В. Артемов, А.М. Хорт, А.Г. Яковенко, Е.А. Слипченко	271
Влияние Nb на кристаллизацию аморфного сплава системы Co-Fe-Si-B-Nb.	
Г.Е. Абросимова, Н.А. Волков, А.С. Аронин, Н.Н. Орлова	273
Структура и транспортные свойства твердых растворов ZrO_2 легированных Sc_2O_3 и CeO_2	

Д. А. Агарков, М. А. Борик, В. Т. Бублик, С. И. Бредихин, А. В. Кулебякин, И. Е. Курицина, Е. Е. Ломонова, Ф.О. Милович, В. А. Мызина, В. В. Осико, Н. Ю. Табачкова	275
Кинетика кристаллизации получаемых в электрическом поле аморфных плёнок $TlIn_{1-x}Sn_xS_2$	
Э.Ш. Алекперов, А.М.Назаров, С.С. Фарзалиев	277
Наноглерод в структуре алюмоматричного порошкового композита	
А.С. Аронин, И.М. Аристова, В.В.Васенев, В.Н.Мироненко	279
Получение левитационно-струйным методом и исследование структуры нанопорошков карбида титана	
Е.С. Афанасенкова, А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Н.Г. Березкина, О.А. Сафронова, А.А. Дудин	281
Получение левитационно-струйным методом и исследование структуры нанопорошков "сплава" железо- медь	
Е.С. Афанасенкова, А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Н.Г. Березкина, О.А. Сафронова, А.П. Сиротина, В.С. Белов	283
Исследование структуры нанопорошков системы Fe-C, получаемых левитационно-струйным методом.	
Афанасенкова Е.С., Жигач, А.Н., Кусков М.Л., Лейпунский И.О., Березкина Н.Г., Сафронова О.А	285
Растровая электронная микроскопия композитных пленок системы фуллерит-алюминий-олово	
Л.В. Баран	287
Исследование состава пленок SmS, полученных магнетронным распылением	
Е.Б. Баскаков, В.И. Стрелов, Н.Н. Михеев,	

И.С. Волчков	289
Состав и микроструктура металлических нановключений AsSb в LTG-AlGaAsSb	
Н.А. Берг, В.Н. Неведомский, В.В. Чалдышев, Н.А. Cherkashin, В.В. Преображенский, М.А. Путято, Б.Р. Семягин	291
Электронная микроскопии и электронная дифракции в изучении метастабильных состояний на примере органо-неорганических мезокристаллов.	
О.В. Бойцова, А. П. Леонтьев, Е.Д. Иголина, А.А. Елисеев	293
Модификация электрофизических свойств индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок под воздействием ионного облучения и отжига в инертной среде.	
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, В.Е. Кан, Е.В. Князев, С.Н. Поворознюк, Д.В.Соколов	295
Особенности магнитной и кристаллической структуры гексагонального феррита $BaFe_{12-x}In_xO_{19}$	
А.А. Вирюс, В.В. Коровушкин, М.Н. Шипко, А.В. Труханов, М.А. Степович, В.Г. Костишин, А.Ю. Миронович	297
Исследование влияния условий термообработки на состав и структуру пористого анодного оксида титана методом просвечивающей электронной микроскопии	
Р. Л. Волков, Т. П. Савчук, И. М. Гаврилин, А. А. Дронов, Н. И. Боргардт, С. А. Гаврилов	299
Формирование микроструктурных особенностей перовскитоподобных оксидов в средах с низким парциальным давлением кислорода.	
Герасимов Е.Ю., Исупова Л.А., Цыбуля С.В	301
Изучение удельной поверхности трещин в покрытиях на углерод-углеродных композитах	

И.Б. Гнесин, Б.А. Гнесин, А.Н. Некрасов	303
Применение просвечивающей электронной микроскопии для оценки типа и качества упаковки квантовые точки в Ленгмюровских монослоях на твердых подложках.	
И.А. Горбачев, Смирнов А.В., Аткин В.С., Е.Г. Глуховской, Вениг С.Б	305
Изучение нанокристаллов флюоритовой фазы SmF_{2+x} , полученных методом механохимического синтеза.	
Ю.В. Григорьев, Д.Н. Каримов, Н.А. Ивановская	307
Исследование частиц типа ядро-оболочка на основе оксидов Hf-Y-Al полученных плазмохимическим синтезом	
Ю.В. Григорьев, Сульянов С.Н., Синайский М.А., Пахило-Дарьял И.О., Литвинова И.С	309
Электронно-микроскопическое исследование композитной мембраны с тонким селективным слоем основе твердых растворов Pd-Cu и Pd-Pb на поверхности двухслойной гетероструктуры с двухуровневой пористостью	
А.И. Донцов, Д.А. Синецкая, С.В. Горбунов	311
Кристаллография и электронное строение одномерных нанокристаллов в условиях пространственного ограничения	
А.А. Елисеев, Н.И. Вербицкий, А.А. Волыхов, А.С. Кумсков, В.Г. Жигалина, А.Л. Васильев, Н.А. Кисилев	313
Электроннографические <i>in situ</i> исследования структурных фазовых превращений при твердофазной реакции в двухслойной тонкопленочной наносистеме Al/Pt	
С.М. Жарков, Р.Р. Алтунин, Е.Т. Моисеенко	315
Структура стали после обработки деформирующим резанием	

О.М. Жигалина, А.Г. Дегтярева, Д.Н. Хмеленин, В.Н.Симонов	317
Электронная микроскопия нанопроволок Cu/Ni	
О.М. Жигалина, Д.Н. Хмеленин, И.М. Иванов, Д.Л. Загорский, С.А. Бедин, И.М. Долуденко	319
Электроконтактный материал на основе Ag, дисперсно- упрочненный нанопорошками оксидов Zn, Sn и Ti	
Г.М.Зеер, Е.Г.Зеленкова, О.Н.Ледяева	321
Исследование эволюции разориентировок границ деформационного происхождения методом EBSD- анализа	
Н.Ю. Золоторевский, Э.А. Ушанова, В.В. Рыбин	323
Исследование атомарного строения эпитаксиального слоя Ge ₃ Sb ₂ Te ₆ методом высокоразрешающей электронной микроскопии	
Ю.С. Зыбина, А.С. Приходько, Н.И. Боргардт, E. Zallo, R. Calarco	325
Исследование композитных материалов Fe,Co@УНТ методами ПЭМВР	
А.В. Ищенко, С.И. Мосеенков, М.А. Казакова, В.Л. Кузнецов	327
Микроструктурные исследования плазменных покрытий гидроксиапатита на титановых подложках	
Калита В.И., Чернов М.С., Соколов В.Н	329
Характеризация Eu содержащих дефектов в матрице Bi ₂ Se ₃	
И.А. Каратеев, Л.Н. Овешников, Ю.Г. Селиванов, Е.Г. Чижевский, Б.А. Аронзон, А.Л. Васильев	331
Структура нанопроволок Bi, полученных методом ВЧ-диодного распыления на различных подложках	
Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, А.Ю. Касумов, И.И. Ходос	333

Структура композитных волокон и пластин, полученных из оксидов алюминия и кальция В.М. Кийко, А.А. Колчин, С.Т. Милейко, Н.И. Новохатская	335
Структура и разрушение слоистого Mo-Si-B композита В.М. Кийко, В.П. Коржов	337
Измерение спектра изгибных фононов свободного графена в области малых волновых векторов Д.А. Кириленко	339
Электронная микроскопия структур, формируемых в быстрозакаленных магнитных сплавах состава SmZrFeTi В.Ю. Колосов, А. А. Юшков, С. В. Андреев, Н. В. Кудреватых, Д. К. Кузнецов, Д. С. Незнахин	341
Особенности структуры слоистого композита на основе ниобия В.П. Коржов, В.М. Кийко	343
Характеристики и особенности слоистой структуры жаропрочного композита на основе (Nb-Ti)-сплава В.П. Коржов, В.М. Кийко, И.С. Желтякова	345
Дегградация гетероструктур на основе соединений A2B6 при облучении электронным пучком средних энергий В.А. Кравец, Е.В. Иванова, М.А. Яговкина, А.А. Ситникова, И.В. Седова, М.В. Загорянская	347
Состав и структура слоев GaMnAs, выращенных методом импульсного лазерного осаждения Д.Е. Николичев, Р.Н. Крюков, Ю.В. Усов, Д.А. Павлов, М.В. Дорохин, Б.Н. Звонков, С.Ю. Зубков	349
Применение методов электронной микроскопии для решения технологических задач при получении порошков сложных оксидов со структурой граната Д.Е. Кузнецова, Г.А. Досовицкий, П.А. Волков, М.В. Коржик, А.Е. Досовицкий, Т.И. Бобкова, М.С. Михайлов	351

Анализ структуры дефектов слоев высокотемпературных сверхпроводящих лент 2-го поколения	
А.В. Кузьмин, А.Ю. Рашковский, А.А. Каменев	353
Исследование ориентации зерен в сплаве цирконияЭ110 в условиях облучения и испытаний на ползучесть	
Е.А. Кулешова, А.С. Фролов, Д.А. Мальцев, Л.В. Кутузов, Е.В. Алексеева, Д.В. Сафонов, И.В. Козлов, Н.В. Степанов	355
Применение методов ПЭМ при формировании сегментированных магнитных наноструктур	
В.И. Кулинич, Е.И. Бубликов, В.В. Коломиец, Е.С. Лялько, И.А. Чертова	357
Нанокопозиты внедрения в ОСУНТ на основе ионных проводников	
А.С. Кумсков, Р.М. Закалюкин, Е.А. Левкевич, А.С. Орехов	359
Электронно-микроскопическое исследование структуры и субструктуры оксидированных пленок Pd-Ru	
С.Б. Кущев, С.В. Рябцев, С.А. Солдатенко, А.А. Синельников	361
Структурные особенности кристаллов гидросульфат-фосфатов цезия и их влияние на физические свойства	
И.П. Макарова, Е.В. Селезнева, В.А. Коморников, А.Л. Васильев	363
Гибридные Au-Ag/C наноструктуры с управляемой морфологией, полученные в результате лазерно-индуцированного осаждения	
А.А. Маньшина, А.В. Поволоцкая, Ю.В. Петров, Д.В. Данилов	365
Характеристики разрушения композита с хрупкой молибденовой матрицей и волокнами на основе сапфира и гексаалюмината кальция	
С.Т. Милейко, В.М. Кийко	367

Приготовление ламелей из металлических стекол методом сфокусированного ионного пучка В.Ю. Михайловский, Д.В. Данилов, Е.В. Болтынюк, Е.В. Убийвовк	369
Исследование протекторных резин методом электронной микроскопии Т.И. Муравьева, О.О. Щербакова, Д.Л. Загорский	371
Комплексная микроскопия пленок AlN, полученных твердофазной эпитаксией на поверхности сапфира Муслимов А.Э., Буташин А.В., Колымагин А.Б., Каневский В.М	373
Электронно-микроскопическое исследование кристаллов семейства лантан-галлиевого силиката $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ и $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ В.И. Николайчик, Д.В. Рощупкин, М.Н. Ковальчук	375
Об особенностях электронного строения фторидов некоторых щелочноземельных и редкоземельных элементов В.В. Новикова, А.К. Кулыгин, Г.Г. Лепешов, А.С. Авилов	377
Сверхнизкое трение легированных композиционных покрытий М.В. Ноженков, А.С. Авилов, Е.С. Лобанова	379
Особенности роста и морфология поверхности эпитаксиальных пленок $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$ И.Р. Нуриев, А.М. Назаров, М.А. Мехрабова, Р.М. Садыгов, А.А. Абдуллаева, Э.И. Мирзоев	381
Исследование морфологии поверхностимембраны высокотемпературного преобразователя давления Н.М. Парфёнов И.В. Годовицын	383
Применение просвечивающей электронной микроскопии для идентификации неагломерированных наноалмазных частиц в медных композиционных материалах	

В.А. Попов, Е.В. Вершинина, М.Н.Ковальчук	386
Исследование эпитаксиальных слоев многослойного графена и гексагонального нитрида бора методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии	
А.С. Приходько, Н.И. Боргардт, М. Neilmann, J-M. J. Lopes	388
Дифракционные методы исследования атомной структуры аморфных металлических сплавов в процессах релаксации и кристаллизации	
Пустовалов Е.В., Модин Е.Б., Федорец А.Н., Ткачев В.В., Грабчиков С.С., Плотников В.С	390
Морфология нитевидных кристаллов теллура	
М.Р. Рабаданов, И.М. Шапиев, А.М. Исмаилов, М.Х. Рабаданов, И.Ш. Алиев	392
Электронная нанотомография в анализе объемной структуры композиционных материалов на основе ПММА и углеродных волокон с нанотрубками	
А.Ю. Рашковский, Т.Г. Дмитриева, А.В. Радугин, И.Н. Крупатин, А.П. Рыжов	394
Применение методов РЭМ, ДСК, РСМА для исследования структуры гомо- и сополимеров тетрафторэтилена, обработанных в сверхкритических диоксиде углерода и перфтороктане	
Н.В. Садовская, С.А. Хатипов, М.С.Кондратенко, М.А. Архипов	396
Структура полифталоцианинов железа, кобальта, никеля и хрома	
Д.М. Седловец, В.И. Корепанов, И.И. Ходос	398
ПОРИСТЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТАХ	
Соколов В.Н., Разгулина О.В., Чернов М.С., Комлев Д.И	400

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СУПЕРИОННОГО ПРОВОДНИКА $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$ СО СТРУКТУРОЙ ФЛЮОРИТА	
Н.И. Сорокин, А.Л. Васильев, Б.П. Соболев	403
Синтез и структура нанокристаллов кубического углерода C_8	
Н.С. Сухина, И.И. Ходос, А.А. Жохов, В.М. Масалов, И.И. Зверькова, С.С. Хасанов, Г.А. Емельченко	407
Сканирующая электронная микроскопия и оптические свойства в нанопористом оксиде алюминия	
Томаев В.В., Полищук В.А., Пщелко Н.С., Васильев Е.А	406
Сканирующая электронная микроскопия и плазмонный резонанс в наночастицах цинка	
Томаев В.В., Полищук В.А., Леонов Н.Б., Васильев Е.А	408
Исследование низкотемпературных структур LT-GaAs и LT-InGaAs методами электронной микроскопии.	
И.Н. Трунькин, А.Л. Васильев, Г.Б. Галиев, Е.А. Климов, А.Н. Клочков, С.С. Пушкарев	410
Исследование гетероструктур GaAs/In(As, Bi) методами электронной микроскопии	
И.Н. Трунькин, А.Л. Васильев, А.А. Зверев, И.П. Казаков, И.А. Лихачев, Э.М. Пашаев, Г.В. Пруцков, И.А. Субботин, В.И. Цехош	412
Фазовые превращения в системе Ni/Pt/Si при БТО.	
А.М. Чаплано, М.И.Маркевич, Я.А.Соловьев, О.Э.Сарычев, С.Б.Кущев, О.В.Сербин	414
Исследование микроструктуры тонких пленок HfO_2 , выращенных методом плазменно стимулированного атомно-слоевого осаждения	

Ю.М. Чесноков, А.В. Мяконьких, А.Е. Рогожин, К.В. Руденко, А.Л. Васильев	416
Рост пленок Si на диэлектрическом слое SiO ₂ /Si ₃ N ₄ и образование силицидов Pt на поли-Si при низких температурах подложки	
К.В. Чиж, Л.В. Арапкина, В.П. Дубков, С.А. Миронов, О.В. Уваров, Д.Б. Ставровский, О.Ю. Наливайко, А.Г. Новиков, П.И. Гайдук, В.А Юрьев	418
Структура ядер а-винтовых дислокаций в n-GaN, введенных наноиентированием	
С.В. Шапенков, О.Ф. Вывенко, О.С. Медведев, Е.В. Убийвовк, M. Seibt, P. Saring	420
Особенности наноструктуры плёнок нитрида углерода, легированных оксидом европия в процессе роста.	
Е.И.Шемченко, В.И.Глазунова	422
Образование новых структурных состояний в прессованных нанопорошках BaTiO ₃	
И.М. Шмытько, Д.Д. Фролов, А.С. Аронин, В.В. Кедров	424
Электронная микроскопия в исследовании новых антифрикционных алюминиевых сплавов	
О.О. Щербакова, Т.И. Муравьева, Д.Л. Загорский	426

Организационный комитет

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

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

**Д.В. Рошупкин – зам. председателя оргкомитета, ИПТМ
РАН**

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

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

Члены Оргкомитета:

Авилов А.С. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
Алексеева О.А. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
Васильев А.Л. (НИЦ «КИ») – организатор школы для молодых
специалистов

Гурович Б.А. (НИЦ «КИ»)

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)

Програмный комитет

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

1. Васильев А.Л. – зам. председателя (НИЦ «КИ»)
2. Якимов Е.Б. – зам. председателя (ИПТМ РАН)
3. Аронин А.С. (ИФТТ РАН)
4. Артемов В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
5. Боргардт Н.И. (МИЭТ, Зеленоград)
6. Дударев С. Л. (Кэмбридж, Англия)
7. Жигалина О.М. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
8. Ищенко А.А. (МИТХТ)
9. Клечковская В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
10. Князев М. А. (ИПТМ РАН)
11. Латышев А.В. (ИФП СО РАН)
12. Мохов А.В. (ИГЕМ РАН)
13. Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)
14. Попенко В.И. (ИМБ РАН)
15. Приходько К.А. (НИЦ «КИ»)
16. Рау Э.И. (физфак, МГУ)
17. Соколова О.С. (биофак, МГУ)
18. Суворова Е.И. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
19. Толстихина А.Л. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Программа**28 августа 2018 года****09.00 Открытие конференции**

- 09.00-09.10 Авилов А.С. Вступительное слово
09.10-09.20 Рощупкин Д.В. Приветственное слово
09.20-09.25 Васильев А.Л. Памяти Н.А. Киселева

Приглашенные доклады

- 09.30-10.00 Чувилин А.Л. «Кинетика атомных перестроек на примере графена»
10.00-10.30 Эйндоу М. "Applications of electron microscopy for metal additive manufacturing"
10.30-11.00 Меши Л. "Study of the order of the domains in the matrix of the Al-Co-Cr-Fe-Ni high entropy alloy"
11.00-11.30 Боргардт Н.И. «Просвечивающая электронная микроскопия сомкнутых нанопроволок GaN»
11.30-12.00 Васильев А.Л. «Определение кристаллической структуры новых фаз методами высокоразрешающей ЭМ»

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

- 12.20-12.35 Модин Е.Б. «Трехмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов»
12.35-12.55 Гусев С.А. «Лоренцева микроскопия наноразмерных цилиндрических магнитных доменов»
12.55-13.15 Михеев Н.Н. «Двухпотоковая модель транспорта пучка электронов РЭМ в веществе при многократном рассеянии: применение в задачах рентгеноспектрального микроанализа»
13.15-13.35 Чуховский Ф.Н. «К решению обратной задачи электронно-микроскопической томографии. Итеративные

алгоритмы на примере кристалла с точечным дефектом кулоновского типа»

13.35-14.05 Сообщение представителей фирмы Thermo Fisher Scientific

Приглашенные доклады

15.00-15.30 Дударев С.Л. «Моделирование и электронно-микроскопическое наблюдение нано-дефектов в материалах для термоядерных реакторов»

15.30-16.00 Авилов А.С. «Структурные исследования металлосодержащих наночастиц методами электронной кристаллографии»

Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов

16.00-16.20 Жигалина О.М. «Электронная микроскопия границ раздела тонких пленок ЦТС/ТБС»

16.20-16.40 Кукин В.Н. «Выявление мезопор в цеолите методами электронной микроскопии и фокусированного ионного пучка»

16.40-17.10 Сообщение представителей фирмы Gatan «Advantages of Direct Detection and Electron Counting for Electron Energy Loss Spectroscopy Data Acquisition» Paolo Longo

Другие применения электронной микроскопии и комплементарных методов

17.30-17.45 Зарубин С.С. «Анализ тонких сегнетоэлектрических плёнок на основе $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$ методами просвечивающей электронной микроскопии»

17.45-18.00 Богачев А.А. «Влияние высокоэнергетического тяжелоионного облучения на наномасштабное состояние перспективных титановых сплавов и дисперсно-упрочненной оксидами стали»

18.00-18.15 Овчаров А.В. «Микроструктурный анализ сверхпроводящей ленты на основе YBCO после радиационного облучения ионами ^{131}Xe с различными энергиями»

18.15-18.25 Сообщение представителей фирмы Tescan «Возможности сканирующих электронных микроскопов TESCAN при исследовании конструкционных и функциональных материалов», Миловзоров Н.Г.

18.25-18.35 Сообщение представителей фирмы Melytec «Современные настольные сканирующие электронные микроскопы компании "Phenom-World BV" (Нидерланды) – системы получения изображений и анализа»

29 августа 2018 года

Приглашенные доклады

09.00-09.30 Маркс Л.Д. "Profile Imaging: 35 years old and still tracking"

09.30-10.00 Ищенко А.А. «Ultrafast electron diffraction and electron microscopy: Present status and future prospects»

10.00-10.30 Миллер Р. Дж. Двейн "Mapping Atomic Motions with Ultrabright Electrons: Realization of the Chemists' Gedanken Experiment"

10.30-10.50 Рябов Е.А. «Сверхбыстрая электронная дифракция и динамическая просвечивающая электронная микроскопия в Институте спектроскопии РАН»

10.50-11.20 Николопулос С. «State of the art tem precession diffraction techniques: From 3d diffraction tomography to orientation imaging»

11.20-11.50 Сообщение представителей фирмы Thermo Fisher Scientific

Электронная микроскопия в химии, геологии и метеоритоведении

12.10-12.30 Мохов А.В. «Возможности электронной микроскопии в изучении лунного грунта»

12.30-12.45 Горностаева Т.А. «Диагностика и изучение природных высокотемпературных стёкол методами электронной микроскопии»

12.45-13.00 Округин В.М. «О роли современных методов электронной и микронзондовой микроскопии в изучении техногенных отложений Мутновского геотермального комплекса (Южная Камчатка)»

Приглашенный доклад

13.00-13.30 Якимов Е.Б. «Исследование дефектов упаковки в 4H-SiC методами РЭМ»

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

13.30-13.45 Вергелес П.С. «Исследование влияния облучения электронным пучком в РЭМ на дислокации, введенные при индентировании GaN»

13.45-14.00 Загорский Д.Л. «Металлические нанопроволоки различных типов: электронная микроскопия с элементным анализом»

14.00-14.15 Вербицкий В.Н. «Исследование морфологии поверхности и эффективности гетеропереходных фотоэлектрических преобразователей на основе квазиэпитаксиальных кремниевых пластин»

14.15-14.30 Сообщение представителей фирмы Tescan «Травление сфокусированным и расфокусированным ионным пучком как пробоподготовка для микротекстурного анализа EBSD», Лукашова М.В.

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

15.30-15.45 Жуховицкий В.Г. «Ультраструктура жгутиков *Helicobacter pylori*»

15.45-16.00 Шеваль Е.В. «Особенности компактизации хроматина в хромосомах растений с гигантским геномом»

16.00-16.15 Лисицын Ф.В. «Визуализация комплекса аденовирусной ДНК (ОА7) с концевыми белками»

16.15-16.30 Плехова Н.Г. «Структурные преобразования мезенхимальных стволовых клеток при контакте с биоактивными покрытиями на имплантатах»

16.30-16.45 Снигиревская Е.С. «Ультраструктура внутриклеточных органелл при апоптозе»

16.45-17.00 Селиванова О.М. «Новый механизм формирования амилоидных фибрилл»

17.00-17.10 Сообщение представителей фирмы Sernia «Аналитическое и технологическое оборудование», Корнев П.А.

17.30-17.45 Асташонок А.Н. «Маркеры нарушения функции нервной системы у пациентов с болезнью Альцгеймера и прионными заболеваниями: ультраструктурные и наноскопические исследования»

17.45-18.00 Попенко В.И. «Трёхмерная организация ядрышкового домена в пространстве соматического ядра инфузории *Didinium nasutum* и локализация ключевых ядрышковых белков в нём»

18.00-18.15 Бакеева Л.Е. «Особенности ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа (*Heterocephalus glaber*)»

18.15-18.30 Евтюгин В.Г. «Особенности ультраструктуры покровов криобиотической пиявки *Ozobranchus jantseanus*. (Annelida; Hirudinea; Rhynchobdellida)»

30 августа 2018 года

09.00-09.20 Олейников П.Н. «First woven covalent organic framework solved using electron crystallography»

09.20-09.50 Сообщение представителей фирмы Oxford Instruments «Применение новых ЭДС и EBSD детекторов компании Oxford Instruments в исследованиях наноструктурированных материалов», Козлов В.В.

Сканирующая зондовая микроскопия

09.50-10.15 Соколов Д.В. «Совместное использование методов сканирующей силовой микроскопии для определения электрофизических параметров индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок»

10.15-10.30 Сеницына О.В. «Изучение морфологии поверхности жидкокристаллического сополимера при фазовых переходах методом АСМ»

10.30-10.40 Сообщение представителей фирмы Conetech «Новые возможности атомно-силовой микроскопии от Nanosurf», Шуравин А.А.

Электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях

10.40-10.55 Казмирук В.В. «Оптимизация электронно-оптических систем электронно-лучевых литографов и растровых электронных микроскопов»

10.55-11.10 Петров Ю.В. «Литография сфокусированным ионным пучком с использованием усиленного травления неорганических тонких пленок»

Методы электронной микроскопии и микроанализа в исследовании предметов культурного наследия

11.10-11.25 Созонтов Е.А. «Средневековые письменные источники: комплексные исследования с использованием растровой электронной микроскопии, микроанализа и других

комплементарных методов»

11.25-11.40 Кадикова И.Ф. «Применение электронной микроскопии при исследовании произведений искусства»

11.40-11.50 Сообщение представителей фирмы Tescan «Наблюдение пор нанометрового размера в диэлектриках средствами сканирующей электронной микроскопии», Сомов П.А.

11:50-12:00 Сообщение представителей фирмы Tescan «Автоматизированный минералогический анализ многокомпонентных образцов, содержащих составляющие близкого состава. Различение гематита и магнетита», Сорокопудова Ю.В.

12.00 Закрытие конференции

12.00-12.15 Авилов А.С. Завершающее слово.
Подведение итогов

28 августа 2018 года
Приглашенные доклады

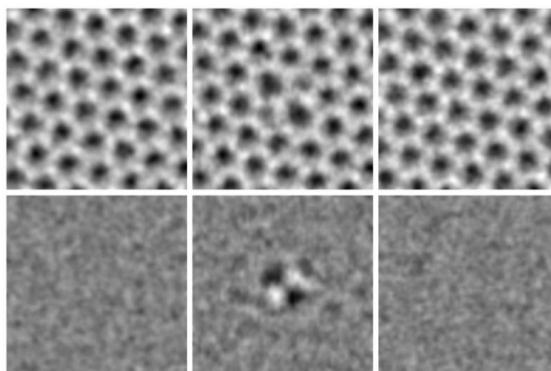
Кинетика атомных перестроек на примере графена

А.Чувиллин

*CIC nanoGUNE, Tolosa Hiribidea 76, 20018 Donostia-San Sebastian, Spain
IKERBASQUE Basque Foundation for Science, Maria Diaz de Haro 3, E-48013 Bilbao, Spain*

Развитие нанотехнологий и связанных с ними научных дисциплин определило замещение «объемных» структурных методов исследования типа рентгеновской дифрактометрии локальными методами, способными характеризовать структуру и свойства индивидуальных нанообъектов на уровне отдельных атомов. Аналогичный сдвиг парадигмы назревает и в химии – химические процессы, определяющие свойства и структуру наноразмерных и низкоразмерных материалов, зачастую затрагивают ничтожную часть общего объема, и таким образом оказываются недоступными для изучения классическими методами экспериментальной химической кинетики. Возможной альтернативой могут быть методы стохастической химкинеки в применении к прямым наблюдениям динамики индивидуальных атомов.

В своей работе мы исследуем перспективы использования данных электронной микроскопии для количественного определения параметров кинетических уравнений элементарных химических реакций. При определенном выборе экспериментальных условий и адекватной статистической обработке результатов оказывается возможным определить пороговые энергии для ряда радиационно стимулированных процессов. Наша работа посвящена оптимизации условий эксперимента и поиску методов статистической обработки данных.



Последовательность электронно микроскопических изображений, показывающих обратимую реакцию поворота связи в графене. Верхний ряд – необработанные изображения, полученные с интервалом в 1сек. Нижний ряд – те же изображения с отфильтрованной решеткой графена.

Применение этой методики будет продемонстрировано на примере простейшей реакции, протекающей на графене: образование и аннигилирование дефекта Стоуна-Вельса (см. рис). Несмотря на то, что эта реакция является ключевой в процессах эволюции дефектов в графене, ее кинетические параметры до настоящего времени могли быть получены только теоретически. Наблюдение статистически значимого количества элементарных событий при вариации экспериментальных условий позволяет получить кинетические параметры для прямой и обратной радиационно активированных реакций. Мы также впервые показываем, что при определенных условиях методика позволяет исследовать не только радиационные процессы, но и измерять энергии активации температурно-активированных (химических) маршрутов реакции.

Я благодарен моим друзьям и коллегам из университетов Ноттингема и Вены, KAUST'a, ИНХ СО РАН и Grafenea Co. за совместную работу по этой тематике.

Electron Microscopy of Microstructural Development in Powder Bed Additive Manufacturing of Alloy Components

Y. Sun, R.J. Hebert, M. Aindow

Dept. of Materials Science and Engineering, Institute of Materials Science, University of Connecticut, Unit 3136, 97 North Eagleville Road, Storrs, CT 06269-3136, USA.

Metal additive manufacturing (AM) is a promising approach for fabricating geometrically complex parts that are difficult to produce by traditional manufacturing and assembly techniques. The most commonly used metal AM processes use powder beds in which the parts are produced by fusing portions of thin powder layers with laser or electron beams. The repetitive rapid melting and solidification during powder-bed processing leads to high residual stresses, unusual defects, and a variety of microstructural heterogeneities. These effects pose significant barriers to obtaining the desired final geometry and mechanical properties in AM parts.

A series of case studies will be presented to illustrate the importance of microscopy in developing additive manufacturing as a practical and reliable approach to producing engineering components. These studies include: assessment of powder pedigree and the mechanism of oxygen accumulation during powder recycling; studies of the peculiar types and morphologies of inclusions that form in powder bed AM parts; and investigations on the effects of post-build heat-treatment on the microstructures of AM parts.

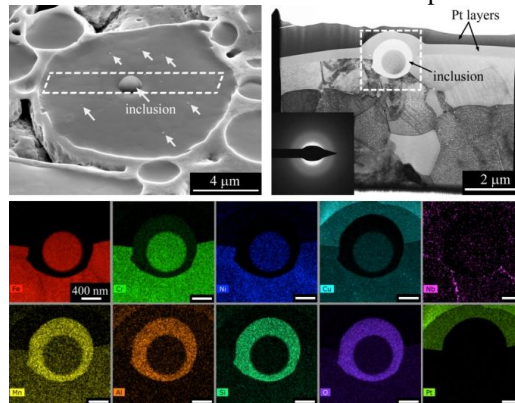


Fig. 1. Examples of entrained oxide inclusions in gas-atomized 17-4PH powders [1].

1. Y. Sun, R.J. Hebert, M. Aindow *Mater Des*, 2018, 140, 153-162.

Study of the order of the domains in the matrix of the Al-Co-Cr-Fe-Ni high entropy alloy

Louisa Meshi^a, Lior Natovitz^a, Guy Hillel^a, Yatir Linden^a, Shay Salhov^b, Malki Pinkas^b

^a*Department of Materials Engineering, Ben Gurion University of the Negev, POB 653, Beer-Sheva 84105, Israel*

^b*Materials Department, Nuclear Research center of Negev (NRCN), 9001, Beer-Sheva 84100, Israel*

High entropy alloys (HEAs) contain at least five principal elements with a concentration of 5-35at.%, yielding a solid solution with a simple crystallographic structure, namely bcc, fcc or hcp [1]. These alloys exhibit unique combination of good mechanical properties, high temperature durability, wear and oxidation resistance. One of the most studied HE alloys is AlCoCrFeNi which solidifies in a dendritic regime forming Al+Ni rich dendrite (DR) and Fe+Cr rich inter dendrite (ID) areas [1,2]. Both areas are composed of ordered bcc (B2) matrix and bcc particles but display significant differences in morphology and hardness [2]. The differences between the DR and ID regions became even more pronounced following the heat treatment at 850°C. Up to date no explanation to these differences was provided. This question was addressed in the current study by combining several methods of transmission electron microscopy (TEM).

TEM analysis revealed that the matrix of the DR area constitutes of nano-sized antiphase domains with long period order of boundaries. Electron diffraction patterns taken from this area exhibited additional modulation vector. We believe that these domains arrest the growth of the bcc particles keeping their size small and their shape cuboidal. In the ID area - short range order of these domains` boundaries in B2 (manifested by diffuse scattering in the electron diffraction pattern) was observed. In this region, bcc particles grew along specific crystallographic planes yielding the characteristic Γ and T shape morphologies [3].

Heat treatment at 850°C caused the anticipated phase transformation of the bcc particles to fcc and σ (CrFe structure type) only in the ID regions; while DR area remained essentially unchanged. The only differences which were observed in the DR - some coarsening of the bcc particles and growth of seldom fcc particles in the B2 matrix. We believe that in the DR region, the bcc to σ transformation

was arrested by the high strains associated with this transformation that could not be accommodated in the B2 matrix in that area.

In order to understand the appearance of the domains and their different order, quaternary alloys, based on the original quinary AlCoCrFeNi system were cast and characterized. Out of five systems only three had bcc/B2 phase content, namely AlCoCrFe, AlCoCrNi and AlCoFeNi. Other two had either fcc structure (the one without Al) or included unwanted intermetallides (without Co). Since AlCoFeNi had completely different from the quinary alloy morphology, only AlCoCrFe and AlCoCrNi alloys could be used for understanding the domains in the original quinary alloy.

References:

- [1] Tsai M.H., Yeh J.W., *Mat. Res. Let.* 2(3) (2014) 37-41
- [2] Munitz A., Salhov S., Hayun S., Frage N., *J. Alloys Compd* 683 (2016) 221-230
- [3] Linden Y., Pinkas M., Munitz A., Meshi L., *Scripta Materialia* 139 (2017) 49-52

Просвечивающая электронная микроскопия сомкнутых нанопроволок GaN

Н.И. Боргардт¹, Р.Л. Волков¹, V.M. Kaganer², S. Fernández-Garrido²,
O. Brandt²

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

² Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik, Hausvogteiplatz 5–7, 10117 Berlin,
Germany

Нанопроволоки (НП) из GaN представляют интерес для изготовления светодиодов, поскольку по сравнению со сплошными слоями GaN позволяют улучшить их характеристики благодаря высокому совершенству кристаллической структуры. Метод плазма-активированной молекулярно-пучковой эпитаксии (ПА-МПЭ) позволяет их выращивать на поверхности кремниевой подложки [1]. Из-за большой плотности расположения нанопроволок происходит их коалесценция (смыкание) в процессе роста. При этом возникают дефекты, главным образом дислокации, которые негативно влияют на эффективность генерации света в изготавливаемых светодиодах [2]. В настоящей работе исследуются дислокации, возникающие из-за разориентации атомных плоскостей сомкнутых нанопроволок GaN.

НП с направлением роста $[000 \bar{1}]$ самопроизвольно выращивались на поверхности подложки Si(111) методом ПА-МПЭ [2] и имели высоту около 2,4 мкм. В процессе их роста температура подложки составляла около 800 °С, а потоки Ga и N – 0,29 и 0,75 монослоев в секунду соответственно. Электронно-микроскопический образец продольного сечения НП приготавливался методом механической шлифовки с последующим утонением ионами Ar^+ в установке Gatan PIPS 691, а образец поперечного сечения – методом In-Situ Lift-Out при помощи электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650. Исследования проводились в электронном микроскопе Titan Themis 200 с корректором сферической аберрации объективной линзы.

На рис. 1 представлены изображения области смыкания нанопроволок, полученные методом просвечивающей растровой электронной микроскопии с использованием большеуглового кольцевого темнопольного (high-angle annular dark-field - HAADF) детектора электронов. При их получении образец поперечного сечения ориентировался так, чтобы непараллельные друг другу направления $[000 \bar{1}]$ смыкающихся нанопроволок образовывали примерно одинаковый угол с оптической осью микроскопа.

Хотя кремниевая подложка оказывает ориентирующее влияние на растущие нанопроволоки, эквивалентные атомные плоскости в них могут иметь некоторую разориентацию. Такой разворот атомных плоскостей $\{1\bar{1}00\}$ относительно направления роста $[000\bar{1}]$ приводит к формированию частичных краевых дислокаций. Лишние атомные полуплоскости этих дислокаций выделены белыми линиями на рис. 1а, их суммарный вектор Бюргерса $\bar{b} = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ соответствует полной дислокации и перпендикулярен границе между нанопроволоками, показанной пунктирной прямой. Если плоскости $\{1\bar{1}00\}$ смыкающихся нанопроволок практически параллельны друг другу, но развернуты вдоль направления $[01\bar{1}0]$, то при их смыкании также формируются частичные дислокации с суммарным вектором Бюргерса $\bar{b} = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ параллельным границе между НП.

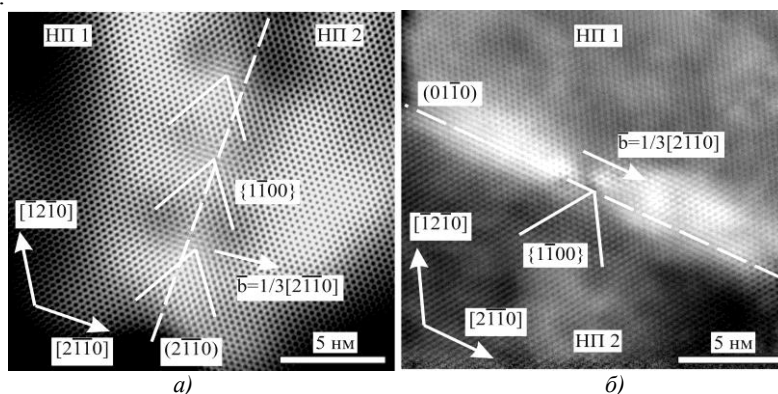


Рис. 1. HAADF-изображения поперечных сечений сомкнутых нанопроволок (НП 1 и НП 2) с выявленными на них частичными дислокациями, возникающими из-за разворота плоскостей $\{1\bar{1}00\}$ вдоль направления роста (а) и перпендикулярного ему направления (б). Белыми сплошными линиями отмечены лишние полуплоскости, а пунктирными – границы между нанопроволоками.

Таким образом, показано, что просвечивающая электронная микроскопия позволяет идентифицировать дислокации и устанавливать их взаимосвязь с разориентацией атомных плоскостей в смыкающихся нанопроволоках GaN.

1. V. Consonni Phys. Stat. Sol. RRL, 2013, 7, 699-712.
2. V. M. Kaganer, S. Fernández-Garrido, P. Dogan, et al. Nano Lett. 2016, 16, 3717-3725.

Определение кристаллической структуры новых фаз методами высокоразрешающей ЭМ

Васильев А.Л.^{1,2},

1 НИИ «Курчатовский институт», пл. Академика Курчатова, 1, Москва, 123098

2 ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Ленинский проспект, д. 59, 119333

Задача определения новых фаз в поликристаллических мелкодисперсных или нано- материалах методами рентгеноструктурного анализа и рентгенофазового анализа часто невозможна по следующим причинам:

1. Малые размеры частиц неизвестной фазы,
2. Присутствие структурных дефектов,
3. Большой набор дифракционных максимумов, ассоциированных с различными фазами, в том числе низко симметричными, присутствующими в образце.
4. Различная ориентация частиц.

В этих обстоятельствах единственной возможностью решения задачи определения кристаллической структуры может быть просвечивающая/растровая электронная микроскопия (П/РЭМ) высокого разрешения (ВР) и электронная дифракция (ЭД). При размерах частиц менее 10 нм, а в при отсутствии возможности использования селективной диафрагмы малых размеров и при размерах частиц менее 20 нм и более, получить электронограмму высокого качества от выделенной области асто бывает невозможно. В этом случае приходится использовать методы дифракции в сходящемся пучке, микро- и нано-дифракции. В этих условиях происходит уменьшение точности определения параметров элементарной ячейки. Присутствие структурных дефектов в частицах понижает симметрию дифракционной картины и вносит неопределенности в определение пространственной группы неизвестной фазы.

Использование П/РЭМ ВР позволяет выявить структурные дефекты и значительно повысить точность определения геометрических параметров кристалла. Причем, если использование ПЭМ ВР требует моделирования изображения, то темнопольное ПРЭМ ВР с регистрацией электронов, рассеянных на большие углы, часто легко интерпретируется и не нуждается в моделировании. В сочетании с микроанализом высокого разрешения, интерпретация становится еще проще – удается установить структуру с

определением атомных позиций и состав основной фазы и дефектов с атомным разрешением.

В представленной работе будут приведены примеры использования ПЭМ ВР в сочетании с моделированием изображений и темнопольной ПРЭМ ВР с регистрацией как электронов, рассеянных на большие углы, так и «Брегговских» электронов в комбинации с энергодисперсионным рентгеновским микроанализом или спектроскопией потерь энергии электронов в определении неизвестных фаз в поликристаллических алюминиевых сплавах, многофазных керамиках и других материалах. Кроме этого, будут представлены результаты применения электронной дифракции в определении кристаллической структуры.

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

Трехмерная электронная микроскопия в исследовании наноматериалов

Е.Б. Модин

CIC nanoGUNE Consolider, E-20018, San Sebastian, Spain

Большой интерес представляют исследования новых материалов на нано- и микроуровнях, поскольку их свойства зависят от многомасштабной структуры и морфологии. Огромное количество работ по изучению структуры и свойств проводилось с помощью электронной микроскопии. Однако, большое количество наноматериалов являются трехмерными объектами, тогда как обычная электронная микроскопия позволяет получить только их двумерное изображение. Поэтому для подробного описания и понимания реальной структуры наноматериалов чрезвычайно важно получить трехмерную информацию об объекте исследования. Более того, бывают случаи, когда только трехмерная характеристика позволяет установить связь структура-свойства, подтвердить, опровергнуть или уточнить теоретические модели синтеза или предсказания свойств наноматериалов. В работе будут представлены недавние результаты исследований различных наноматериалов, как пример применения методов FIB / SEM-томографии и STEM-томографии.

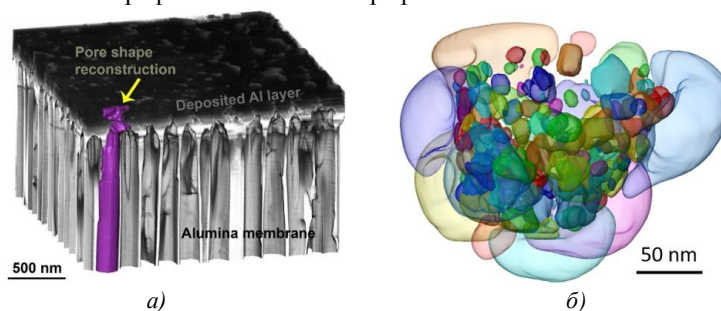


Рис. 1. а) 3D томографическая реконструкция нанопористой структуры, на поверхности Al_2O_3 мембраны. Цветная вставка демонстрирует пример реконструкции единичной поры, FIB/SEM-томография; б) Трехмерная реконструкция сополимерной многофазной наночастицы, STEM-томография.

1. L. V. Boinovich, E. B. Modin et al. *ACS Appl. Nano Mat.* (2018) , 1 (3), 1348–1359
2. L. V. Boinovich, E. B. Modin et al. *ACS Nano*, 11(10) (2018)10113–10123.
3. C. Hamon, E. Modin et al. *Nanoscale*, 8(15) (2016) 7914–7922.

Лоренцева микроскопия наноразмерных цилиндрических магнитных доменов

С.А. Гусев¹, Д.А. Татарский¹

¹ *Институт физики микроструктур РАН, ул. Академическая, д. 7, Нижний Новгород, 607680*

В докладе приведены результаты экспериментального исследования по наблюдению неоднородных магнитных распределений методом Лоренцевой микроскопии в многослойных пленках Co/Pt, свойства которых были модифицированы с помощью локального ионного облучения остро фокусированными пучками ионов гелия. Многослойные структуры Co/Pt с толщиной слоев от ~0.5 до ~1 нм облучались пучками ионов He⁺ с энергией 30 кэВ с использованием ионного гелиевого микроскопа Carl Zeiss Orion и системы литографии Nanomaker. Дозы облучения имели величину значительно меньшую, чем используются при ионном распылении материалов (от 10¹⁴ до 2×10¹⁶ ионов/см²). При таком воздействии на многослойную пленку происходят значительные изменения её структурно-фазового состава и магнитных свойств. Эти изменения были исследованы с помощью просвечивающего электронного микроскопа LIBRA 200MC, с помощью анализа элементного состава структур методом вторично-ионной масс-спектрометрии (ВИМС) на установке TOF.SIMS-5 с времяпролетным масс-анализатором, методами магнитно-силовой микроскопии (МСМ), магнитно-оптическими и магнитно-транспортными измерениями [1, 2].

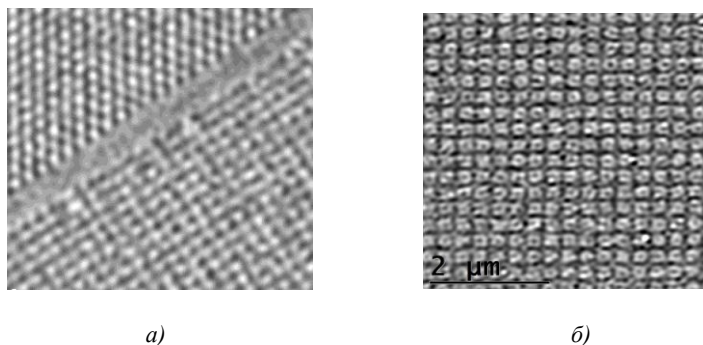


Рис. 1. ЛПЭМ изображения структур сформированных локальным ионным облучением пленок Co/Pt: а) диаметр облученных зон 100 нм, период решетки 200 нм; б) диаметр зон 200 нм, период – 300 нм.

Экспонированные ионами области имели круглую форму диаметром от 50 нм до 200 нм периодически расположенные в гексагональную или

квадратную решетку с периодами от 100 нм до 300 нм. В результате этого формировались решетки неоднородных магнитных распределений, возникновение которых регистрировалось нами в предыдущих экспериментах МСМ измерениями [2]. Для проведения Лоренцевых (ЛПЭМ) измерений аналогичные структуры формировались на мембранах Si_3N_4 толщиной 50 и 100 нм. Для визуализации магнитной структуры был использован френелевский способ формирования изображения при ускоряющем напряжении 200 кВ в микроскопе LIBRA 200МС, который функционировал в режиме малого увеличения (Рис.1). В этом режиме образец находится в постоянном магнитном поле, направленном вдоль оптической оси. Для измерения его величины были изготовлены тестовые структуры – магнитные диски с вихревыми распределениями намагниченности, которые были сформированы из пермалловых пленок методом электронной литографии. Наклон образца в ПЭМ позволяет изменять компоненту магнитного поля вдоль поверхности структуры, что для вихревого распределения приводит к смещению его центра и пятна фокусировки на ЛПЭМ изображении в направлении перпендикулярном приложенному полю. Измеряя это смещение и сравнивая полученные значения с модельными вихревыми распределениями, полученными с помощью программного пакета OOMF, мы получили, что в режиме ЛПЭМ наблюдений величина поля в области расположения образца составляет ~ 3000 Ое. Магнитный контраст на ЛПЭМ изображениях структур с малыми дозами имеет вид характерный для вихревых и скирмионных распределений, и свидетельствует об устойчивости этих распределений намагниченности в достаточно сильных внешних магнитных полях. В то же время, этот результат несколько противоречит некоторым выводам из наших предыдущих экспериментов [1,2]. В соответствии с модельными микромагнитными распределениями (пакет OOMF) с использованием ранее определенных материальных магнитных параметров пленок такие поля должны приводить к однородному намагничиванию наших структур. В докладе приведено объяснение расхождения этих результатов.

Работа поддержана грантом РФФИ 18-02-00827. В работе использовано оборудование Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ и ЦКП "Физика и технология микро- и наноструктур" (ИФМ РАН).

1. S. A. Gusev, M. N. Drozdov, O. L. Ermolaeva, A. A. Fraerman, N. S. Gusev, V. Yu. Mikhailovskii, Yu. V. Petrov, M. V. Sapozhnikov, S. N. Vdovichev. AIP Conference Proceedings, 2016, 1748, 030002-1 -03002-7.
2. M. V. Sapozhnikov, S. N. Vdovichev, O. L. Ermolaeva, N. S. Gusev, A. A. Fraerman, S. A. Gusev, Yu. V. Petrov. APL, 2016, **109**, 042406.

Двухпотоковая модель транспорта пучка электронов РЭМ в веществе при многократном рассеянии: применение в задачах рентгеноспектрального микроанализа

Н.Н. Михеев

*ЛКМ ИК РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 248640,
г. Калуга, ул. Академическая, д. 8. Россия*

Двухпотоковая модель многократного рассеяния заряженных частиц [1,2] была предложена для того, чтобы учесть влияние пространственного распределения атомных электронов образца, на транспорт направленного потока заряженных частиц в конденсированном веществе. Полученные в рамках этой модели результаты аналитического описания распределений частиц пучка по энергии [3], а также формулы для наиболее вероятных и средних потерь энергии [4] позволяют проводить расчеты спектров энергетических потерь частиц и распределений частиц по пробегам в пленочных и массивных мишенях с исключительно хорошим соответствием экспериментальным результатам [5,6].

В данной работе представлены результаты использования двухпотоковой модели при решении практических задач количественного рентгеноспектрального микроанализа с целью существенного улучшения аналитического обеспечения этого метода и повышения эффективности его применения. Прежде всего, это касается описания распределения по глубине образца рентгеновского характеристического излучения – функции $\phi(\rho z)$. Поскольку эта функция, помимо непосредственного применения в расчете поправки на поглощение, содержит информацию и о торможении электронов зонда, и о процессе обратного рассеяния первичных электронов, то она послужила основой при разработке единого подхода к трем фундаментальным матричным поправкам: на поглощение анализируемого излучения, обратное рассеяние первичных электронов зонда и тормозную способность электронов в веществе. Рассматриваются примеры использования полученных матричных поправок на результаты количественного рентгеноспектрального микроанализа (КРСМА). Показана необходимость введения при количественном микроанализе новой дополнительной матричной поправки, которая учитывает различие в числе ионизаций на единицу длины атомов эталона и образца. Определено значение этой новой фундаментальной поправки. Установлено, что полученное таким образом решение прямой задачи КРСМА позволяет в случае простых бинарных систем известного состава достигать согласие в 1–3 % между измеряемыми и рассчитанными значениями относительных интенсивностей анализируемых линий. Приводится пример использования решения прямой задачи КРСМА для определения значений массовых

коэффициентов ослабления μ/ρ рентгеновских линий, расположенных вблизи краев поглощения, по результатам КРСМА бинарных соединений, известного состава. При расчёте матричной поправки на поглощение интенсивности рентгеновской линии характеристического спектра анализируемого элемента в образце необходима достоверная информация о коэффициентах ослабления μ/ρ рентгеновской флуоресценции. Известно, что вблизи краёв поглощения с коротковолновой стороны от края поглощения зависимость μ/ρ от длины волны немонотонна: наблюдается так называемая «тонкая структура» поглощения, которая до настоящего времени теоретически не рассчитывается [7]. Поэтому в ряде случаев справочные данные по μ/ρ неоднозначны. Например, величина μ/ρ для $K\alpha$ Al в Cu находится в интервале значений от $5320 \text{ см}^2/\text{г}$ до $3500 \text{ см}^2/\text{г}$, и общепринятое в научной литературе значение этого параметра не обеспечивает приемлемую точность микроанализа в 2–5 %. Поэтому проводился расчет зависимостей приведенных интенсивностей рентгеновских линий от энергии пучка электронов для различных значений параметра μ/ρ , и определялось искомое μ/ρ из результатов лучшего соответствия расчета и эксперимента. Таким образом, определены значения массовых коэффициентов ослабления μ/ρ для $K\alpha$ -линии Al в Cu и $L\alpha$ -линий Pd и Ag в Au. Представлены также результаты исследования влияния величины перенапряжения $U = E_0/E_c$ для электронов зонда РЭМ на глубину генерации рентгеновского характеристического излучения. Установлено, что при $U \geq 2$ размеры области торможения пучка электронов в образце тождественны размерам области генерации рентгеновского характеристического излучения. Проведена оценка возможности улучшения пространственного разрешения измерений при проведении РСМА путем уменьшения величины перенапряжения.

1. *N.N. Mikheev, M.A. Stepovich. Materials Science and Engineering. (1995), В32, 11–16.*
2. *Н.Н. Михеев. Изв. РАН, сер. физич., 2000, 64(11), 2137–2143.*
3. *Н.Н. Михеев, М.А. Степович, С.Н. Юдина. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. исслед., 2009, 3, 53–57.*
4. *Н.Н. Михеев. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. исслед., 2010, 4, 25–30.*
5. *Н.Н. Михеев, А.С. Колесник. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. исслед., 2017, 12, 88–96.*
6. *Н.Н. Михеев. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. исслед., 2014, 9, 66–71.*
7. *B.L. Henke, E.M. Gullikson, J.C. Davis. Atom. Data Nucl. Data Tables, 1993, 54, 181–342.*

К решению обратной задачи электронно-микроскопической томографии. Итеративные алгоритмы на примере кристалла с точечным дефектом кулоновского типа

П.В. Конарев, Ф.Н. Чуховский, В.В. Волков

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

E-mail: peter_konarev@mail.ru, f_chukhov@yahoo.ca

Как известно (см., например, [1]), проекционная электронная дифракционная микроскопия (ПЭДМ) является одним из эффективных инструментов исследования и диагностики различных дефектов кристаллической решетки, таких как полосы роста, границы зёрен, дефекты упаковки, отдельные включения и дислокации различного типа. Все эти дефекты приводят к изменению положений отдельных атомов кристаллической структуры относительно их правильного положения. При этом в методе ПЭДМ реальная структура кристалла изучается по его проекционным электронномикроскопическим 2D изображениям $|\phi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})|^2$, отвечающих вектору дифракции \mathbf{g} кристаллического образца. При этом, для интерпретации и анализа экспериментальных ПЭДМ-данных, отвечающих 2D-изображениям дефектов кристаллической решетки, проводится их компьютерное моделирование на основе численного решения двухволновых динамических уравнений Хови-Уэлана [1].

В последние годы в области просвечивающей электронной микроскопии широко используется методика электронной томографии для получения трехмерных изображений наноразмерных/субмикроразмерных структур с атомным разрешением. При этом, в случае кристаллических объектов наблюдаемый дифракционный контраст не позволяет напрямую использовать известные алгоритмы, разработанные применительно к просвечивающей абсолюционной компьютерной томографии объектов [2].

В случае проекционной электронномикроскопической дифракционной томография (ПЭДТ) кристалл-образец поворачивается вокруг оси, перпендикулярной семейству отражающих плоскостей кристалла вокруг выбранного вектора дифракции \mathbf{g} . Соответственно, получается набор ПЭДТ 2D-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 кристалла-образца (см. рис. 1).

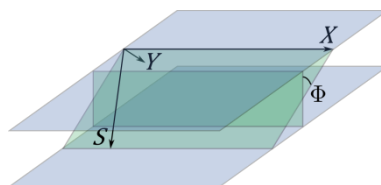


Рис. 1. Схема взаимного расположения плоскопараллельной пластины кристалла-образца и тригональной системы координат X, Y, S , связанной с наклонной плоскостью дифракционного рассеяния. Φ – угол поворота образца вокруг вектора дифракции \mathbf{g} .

С другой стороны, именно теоретическая возможность компьютерной 3D реконструкции поля статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$ вокруг единичного точечного дефекта, а также соответственно, локальных полей деформаций (напряжений) вокруг дефектов в кристаллических структурах и определяет особый интерес, напрямую связанный с применением метода ПЭДТ.

Настоящий доклад посвящен построению теоретической модели трехмерной реконструкции поля упругих статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$ точечного дефекта кулоновского типа (\mathbf{r}_0 - радиус-вектор положения точечного дефекта в кристалле) по данным компьютерного эксперимента ПЭДТ с использованием итеративных компьютерных алгоритмов симулированного отжига [3] и градиентного спуска [4,5].

Показано, что на основе полукинематического решения двухволновых динамических уравнений Хови-Уэлана для амплитуды дифрагированной волны $\phi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})$ в плоско-параллельной кристаллической пластине с единичным точечным дефектом кулоновского типа построено и анализируется общее решение обратной задачи двухволновой ПЭДТ. Построена общая математическая модель 3D реконструкции поля упругих статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$. Приводятся результаты численных расчетов и показано, что "параллельное" использование алгоритмов градиентного спуска и симулированного отжига позволяет восстановить поле упругих статических смещений $\mathbf{R}(\mathbf{r}-\mathbf{r}_0)$ даже в случае одного проекционного 2D-изображения, отвечающего классической схеме получения и наблюдения трансмиссионных электронномикроскопических изображений.

1. P..B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley. *Electron microscopy of thin crystals*. London. Butterworths. 1965. 549 p..
2. Календер В. Компьютерная томография. Основы, техника, качество изображений в области клинического использования. Изд-во Техносфера, 2006. 344 с.
3. S. Kirkpatrick, C.D. Gelatt, M.P. Vecchi. *Science*.1983, 220, 671– 680.
4. P.E. Gill, W. Murray, M.H. Wright. *Practical Optimization*. London: Academic Press. 1981. 419 p.
5. J. Dennis, D. Gay, R. Welsch. *ACM Trans. Math. Soft.* 1981, 7, 348-383.

Приглашенные доклады

Моделирование и электронно-микроскопическое наблюдение нано-дефектов в материалах для термоядерных реакторов.

С Л Дударев

Оксфордский университет, Великобритания

Большинство дефектов, образующихся в материалах под действием нейтронного и ионного облучения имеют настолько малый размер, что их трудно увидеть используя даже современный электронный микроскоп. В то же время, измерение свойств материалов, в первую очередь охрупчивания и распухания, показывает, что невидимые дефекты играют ключевую роль в процессе эволюции микроструктуры. На практике, структуру и динамические свойства невидимых дефектов можно с высокой точностью предсказать с помощью методов многомасштабного математического моделирования, которое объединяет модели, основанные на методе функционала плотности, молекулярной динамики и других методов моделирования дискретных искажённых атомных решёток, дислокационной динамики, объединённых с расчетами полей нейтронов и ионов проводимых для реалистических конфигураций материалов и компонент реакторов. Доклад будет посвящён как обзору математических моделей и новых направлений численного анализа структуры нано-дефектов, так и анализу связи этих моделей с методами прямого электронно-микроскопического наблюдения микроструктуры материалов.

Структурные исследования металлосодержащих наночастиц методами электронной кристаллографии

Авилов А.С.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, Москва, Ленинский пр. 59.

В настоящее время невозможно представить развитие науки и нанотехнологий без наночастиц (НЧ) во всем их многообразии. Особые свойства наночастиц, в значительной степени, отличающие их от больших кристаллов, связаны с их размерами, формой и, конечно, структурой. Эти свойства составляют особый пафос современных нанотехнологий, которые развиваются вокруг разработок элементов запоминающих устройств, электронных приборов, медицинских сенсоров, биочипов и многих других сверхминиатюрных устройств, о которых раньше можно было только мечтать. Понятно, что развитие нанотехнологий наряду с созданием экологичных, воспроизводимых методов получения требует надёжного контроля основных структурных параметров. Последнее для таких специфических объектов с наноразмерами возможно в полной мере лишь с применением комплекса физических методов, среди которых основную роль играют методы электронной кристаллографии.

К настоящему времени известен целый ряд электронно-дифракционных методов, работающих в режиме «на просвет»: электронография, микродифракция, микропучковая электронная дифракция, высокоразрешающая электронная дифракция, высокодисперсионная электронная дифракция, дифракция электронов в сходящемся пучке, сканирующая микро-пучковая электронная дифракция, нанодифракция, прецессионная электронная дифракция, электронная томография, ультрабыстрая электронная кристаллография (УЭК). За исключением первого метода все остальные используют электронную оптику просвечивающего электронного микроскопа. Особое место занимает электронная голография и появившийся относительно недавно метод построения изображения с высоким разрешением («diffractive imaging»).

Возможность управлять электронным пучком, привела к созданию УЭК, позволяющей исследовать детали фазовых переходов, особенности теплового движения атомов при структурных перестройках в нанобъектах и даже движение электронной плотности в атомах.

Среди методов электронной микроскопии ведущая роль принадлежит электронной микроскопии высокого разрешения с применением методов химического анализа. Особенно большое распространение получили в последнее время методы с применением темнопольной просвечивающей растровой электронной микроскопии, позволяющей получать уникальные картины структурного расположения отдельных атомов в НЧ. Большое значение при изучении структурных особенностей таких сложных объектов, которыми являются НЧ, имеет применение комплекса современных структурных методов. К ним относятся, в частности, рентгенодифракционные методы, атомно-силовая микроскопия, оптические методы (спектроскопия, Рамановское рассеяние и пр.), магнитные измерения (Месбауэрография) и ряд других.

Металлосодержащие НЧ составляют на данный момент подавляющее количество исследуемых объектов. Изучаются как отдельные НЧ, так и покрытые оболочкой, НЧ на различных поверхностях (плоской и искривленной, нанотрубки, гранулы, нанопроволоке...), внутри нанотрубки, в дисперсиях, в матрице и др....

Применение перечисленных структурных методов будет проиллюстрировано в докладе на ряде характерных примеров. В докладе будет дан также краткий обзор собственных исследований НЧ благородных металлов, полупроводниковых и магнитных НЧ.

Электронная микроскопия, электронная дифракция и
микроанализ в исследовании новых материалов

Электронная микроскопия границ раздела тонких пленок ЦТС/ТБС

О.М. Жигалина¹, А.Н.Кускова¹, Д.Н. Хмеленин¹

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

Сегнетоэлектрические тонкие пленки широко применяются в современном материаловедении, например, в качестве устройств энергонезависимой памяти, микророботов, интегрированных конденсаторов и т.д.. Поскольку размеры устройств и толщины пленок постоянно уменьшаются, поверхностные и межфазные явления и процессы приобретают все большую значимость. При этом межфазные явления, такие как реакции диффузии и взаимодействия очень вероятны и могут существенно снижать свойства устройств и их функциональность [1-4]. Таким образом, исследование границ раздела (интерфейсов) между материалами, различными по свойствам, крайне важно для понимания межфазных явлений и разработки современных технологий создания приборов и устройств микро- и нанoeлектроники. Однако структурная характеристика внутренних интерфейсов многослойных композиций очень сложна и требует применения как экспериментальных методов, так и теоретического моделирования исследуемых процессов. Для сегнетоэлектрических тонких пленок цирконата титаната свинца (PZT) и титаната бария-стронция (BST) эволюция внутренних интерфейсов во время синтеза (включая границы раздела диэлектрик-металл), как полагают, резко влияет на диэлектрические и сегнетоэлектрические свойства.

В докладе рассмотрены процессы на границе пленка-подложка для многослойных композиций на основе пленок титаната-цирконата свинца (PZT-Pt-Ti/TiO₂-SiO₂-Si) и титаната бария-стронция на подложках MgO. Взаимодействие на внутренних интерфейсах для гетероструктур PZT/Pt/Ti/SiO₂/ Si обсуждается относительно их роли в процессе синтеза. Результаты показывают, что перовскит PZT зарождается непосредственно на Pt (111) -ориентированном нижнем электроде. При этом обсуждается роль диффузии Pb и O и интерметаллических фаз Pt₃Pb и Pt₃Ti. В пленках BST плоскостями начала роста кристаллической решетки перовскитной фазы могут выступать как плоскости TiO₂, так и плоскости Ba(Sr)O. При этом диффузия ионов Ba(Sr) происходит в областях между дислокациями

несоответствия (ДН) на глубину 1-2 монослоя. На границе раздела BST-MgO реализуется два варианта стыковки кристаллических решеток – TiO₂-MgO и Ba(Sr)O-MgO, первый вариант наиболее энергетически выгоден в случае атомногладкой поверхности; на основе ВРЭМ-изображений показано, что плоскость начала роста Ba(Sr)O присутствует только при наличии ступеней и не реализуется на атомно гладкой поверхности подложки.

Электронно-микроскопические исследования были выполнены частично с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Федерального агентства научных организаций (Соглашение № 007-ГЗ/Ч3363/26) и Минобрнауки России.

1. *Vorotilov K.A., Muxortov V.M., Sigov A.S.* Интегрированные сегнетоэлектрические устройства. Монография / Под ред. чл.-корр. РАН А.С. Сигова. — Москва : Энергоатомиздат, (2011), 175 с.

2. *Jones J.L., Le Beau J.M., Nikkel J. et al.* Adv. Mater. Interfaces, (2015), 2, 1500181.

3. *Sigov A.S., Vorotilov K.A., Zhigalina O.M.* Ferroelectrics, (2012), 433, 1, 146.

4. *Жигалина О.М., Кускова А.Н., Чувилін А.Л., Мухортов В.М., Головки Ю.И., Kaiser U., Гайнутдинов Р.В.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, (2009), 7, 55-60.

Выявление мезопор в цеолите методами электронной микроскопии и фокусированного ионного пучка

В.Н. Кукин¹, Р.Л. Волков¹, Н.И. Боргардт¹, И.И. Иванова², П.А. Коц²

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

2 Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Химический факультет, 119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, Россия

Просвечивающая электронная микроскопия является одним из наиболее эффективных методов исследования микро- и мезопористой структуры цеолитов, которые находят широкое применение в качестве катализаторов, адсорбентов, молекулярных сит и во многих других приложениях [1].

В настоящей работе представлен новый способ выявления пористой структуры цеолитов, применение которого позволяет различать мезопоры, находящиеся внутри материала и выходящие на его поверхность.

Представленный способ выявления мезопор основывается на их декорировании частицами платины при помощи системы с фокусированным ионным пучком и их последующей визуализации методами просвечивающей электронной микроскопии. С этой целью использовался электронно-ионный микроскоп Helios NanoLab 650 и электронный микроскоп Titan Themis 200. Исследования проводились на образцах цеолита типа фожазита Y, подвергнутого обработке паром и кислотой для создания мезопор. Процесс декорирования заключался в локальной подаче платиносодержащего газообразного прекурсора ($C_9H_{16}Pt$) к поверхности образца и его облучения электронным зондом микроскопа. Использование ускоряющего напряжения 30 кВ обеспечивало проникновение электронов пучка и генерацию вторичных электронов в пористом материале на глубине до нескольких микрон. Под воздействием электронного пучка происходило разложение прекурсора, проникающего в микро- и мезопоры цеолита, и осаждение наночастиц платины с одновременным образованием в их окрестности аморфного углерода.

Изображения декорированных частицами платины мезопор сравнивались с изображениями исходного образца, приготовленного методом механической шлифовки и финишного утонения ионами аргона в установке Gatan PIPS 691. Изображения обоих видов образцов, полученные в просвечивающем сканирующем режиме в рассеянных на большие углы электронах (HAADF), представлены на рис. 1,а,б.

Одинаковый контраст изображения мезопор, обозначенных буквами А и Б на микрофотографии исходного образца (рис. 1,а), не дает ясного представления о том, какие из них выходят на поверхность, а какие находятся внутри кристалла цеолита. Способ декорирования мезопор частицами платины показывает, что выходящие на поверхность мезопоры цилиндрической формы (обозначенные буквой Д на рис. 1,б) отличаются интенсивным контрастом, обусловленным осаждением частиц платины. В то же время такой контраст отсутствует на изображении расположенных внутри кристалла мезопор сферической формы (обозначенных буквой Е на рис. 1,б). Это обусловлено тем, что проникновение прекурсора в микропоры исходной решетки цеолита с диаметром около 0,7 нм быстро прекращается вследствие их закупоривания частицами платины под действием пучка электронов, что ограничивает процесс декорирования сформированных внутри цеолита мезопор. Более длительный процесс заполнения прекурсором цилиндрических мезопор с входными отверстиями от 4 до 20 нм приводит к осаждению большего числа частиц платины.

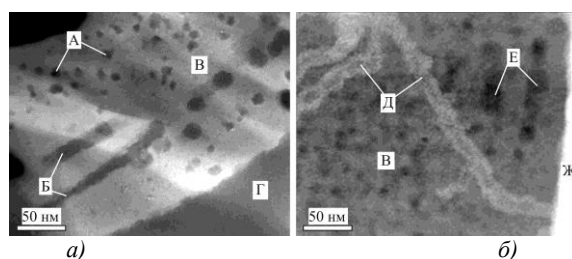


Рис. 1. HAADF изображения образца без декорирования (а) и с декорированием (б). А и Б сферические и цилиндрические мезопоры, В – цеолит, Г – эпоксидный клей, Д – цилиндрические мезопоры, декорированные платиной, Е – сферические мезопоры мезопоры внутри цеолита, Ж – слой платины, применяемый для защиты поверхности образца при его приготовлении для исследований

Результаты представленного способа выявления мезопор во всем объеме кристалла цеолита, позволяющие в дальнейшем выполнять анализ их размеров и формы, дополняют возможности хорошо зарекомендовавших себя адсорбционных и других методов определения пористой структуры цеолитов [2].

1. M.H. Sun, S.Z. Huang, L.H. Chen et al. *Chemical Society Reviews*, 2016, 45, 3479-3563.
2. J. Kevin, S. Mitchell, M. Sterling et al. *Advanced Functional Materials*, 2016, 26, 5621-5630.

Другие применения электронной микроскопии и
комплементарных методов

Анализ тонких сегнетоэлектрических плёнок на основе $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$ методами просвечивающей электронной микроскопии

С.С. Зарубин¹, Е.И. Суворова^{1,2}, А.А. Чуприк¹, Ю.А. Матвеев¹,
А.Г. Черникова¹, А.М. Маркеев¹, А.В. Зенкевич¹

¹ Московский физико-технический институт (государственный университет),
141700, г. Долгопрудный, Институтский пер., 9, Московская обл., Россия

² Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН, 119333, г.
Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

Сегнетоэлектрические (СЭ) свойства в поликристаллических тонкоплёночных слоях легированного HfO_2 открыли возможность использования данного класса материалов для создания на их основе устройств энергонезависимой памяти. При этом, очевидным преимуществом по сравнению с перовскитными СЭ является отличная совместимость СЭ- HfO_2 с современным КМОП-технологическим процессом. В течение последних нескольких лет в мире ведутся активные исследования взаимосвязи между структурными и функциональными свойствами СЭ- HfO_2 с целью оптимизации их параметров в будущих наноустройствах памяти.

В данной работе представлены результаты исследования тонкоплёночных (~2,5-10 нм) слоёв $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$ методами просвечивающей электронной микроскопии. Образцы функциональных структур $\text{Si}/2,5 \text{ нм } \text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2/\text{TiN}$ и $\text{TiN}/10 \text{ нм } \text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2/\text{TiN}$ были выращены методом атомно-слоевого осаждения, причём кристаллизация $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$ проходила при осаждении верхнего электрода при 400 °С. ВРЭМ изображения поперечных сечений слоёв на Si и на TiN представлены на **Рис. 1**.

Показано, что в результате атомно-слоевого осаждения произошло образование нанокристаллических плёнок, содержащих зёрна моноклинной ($P2_1/c$) и ромбической нецентросимметричной ($Pbc2_1$) фаз [1, 2]. Силовая микроскопия пьезоотклика тонких плёнок в образцах $\text{TiN}/\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2/\text{TiN}$ показала, что при первом же цикле переключения пьезоотклик появляется у зёрен, которые прежде пьезоотклика не имели [3]. Микроскопия плёнок, подвергшихся реполяризации, показала, что под воздействием электрического поля зёрна моноклинной фазы могут испытывать фазовый переход в ромбическую нецентросимметричную структуру. Электронограммы, представленные на **Рис. 2**, показывают наличие двух

фаз в нециклированных образцах, в то время как моноклинная фаза практически полностью исчезает в циклированных плёнках.

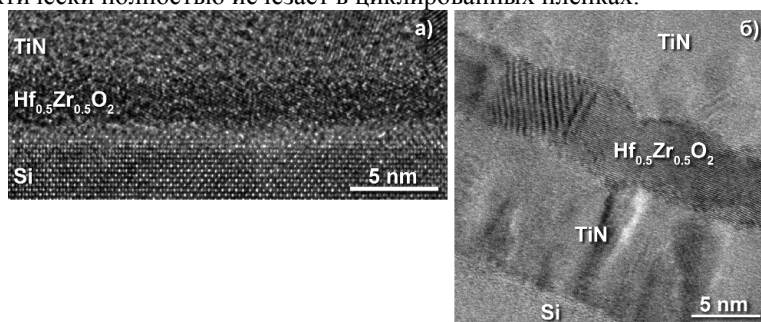


Рис. 1. ВРЭМ изображения поперечных сечений образцов Si/Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂/TiN а) и TiN/Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂/TiN б).

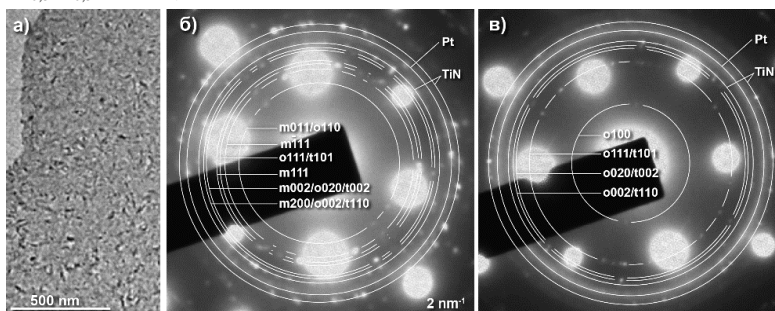


Рис. 2. Светлопольное изображение образца «в плане» а) и электронограмма поперечного сечения б) нециклированной структуры TiN/Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂/TiN; электронограмма поперечного сечения циклированной структуры в). m, t, o — моноклинная (P₂/c), тетрагональная (P₄/nmc) и ромбическая (Pbc₂) фазы ZrO₂. Самые интенсивные рефлексы моноклинной фазы, $\bar{1}11$ и 111, отсутствуют на электронограмме циклированной структуры.

A. Chernikova, M. Kozodaev, A. Markeev, D. Negrov, M. Spiridonov, S. Zarubin, O. Bak, P. Buragohain, H. Lu, E. Suvorova, A. Gruverman, A. Zenkevich. ACS Appl. Mater. Interfaces, (2016), 8, 7232–7237.

S. Zarubin, E. Suvorova, M. Spiridonov, D. Negrov, A. Chernikova, A. Markeev, A. Zenkevich. Appl. Phys. Lett., (2016), 109, 192903.

A. Chouprik, S. Zakharchenko, M. Spiridonov, S. Zarubin, A. Chernikova, R. Kirtaev, P. Buragohain, A. Gruverman, A. Zenkevich, D. Negrov. ACS Appl. Mater. Interfaces, (2018), 10, 8818–8826.

Влияние высокоэнергетичного тяжелоионного облучения на наномасштабное состояние перспективных титановых сплавов и дисперсно-упрочненной оксидами стали

С.В. Рогожкин^{1,2}, А.А. Богачев^{1,2}, А.А. Никитин^{1,2}, А.Л. Васильев³,
М.Ю. Пресняков³, В.А. Скуратов⁴, М. Tomut⁵, Ch. Trautmann^{5,6}

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

² Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

³ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

⁴ Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия

⁵ GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH, Darmstadt, Germany

⁶ Technische Universität Darmstadt, Germany

Улучшенные эксплуатационные характеристики новых конструкционных сталей и сплавов обеспечиваются их сложной гетерогенной структурой, состоящей из множества различных наноразмерных включений. Анализ стабильности таких сталей под влиянием высокоэнергетического излучения требует систематических исследований с использованием ионного облучения в широком интервале масс и энергий, позволяющего варьировать различные уровни ионизационных потерь энергии. Потери энергии и ее последующее перераспределение в таких структурах носит нетривиальный характер и может способствовать локальным изменениям в структурно-фазовом состоянии материала.

В данной работе методами высокоразрешающей электронной микроскопии и просвечивающей растровой электронной микроскопии с энергодисперсионной спектроскопией исследовалось влияние тяжелоионного облучения при комнатной температуре на микро- и наноструктуру дисперсно упрочненной стали ODS EUROFER и титановых сплавов Ti-5Al-4V-2Vt [1] и Ti-6Al-4V. Образцы поперечных и продольных срезов данных материалов изготавливались методами фокусированных ионных пучков и электрохимического утонения.

Исследование микроструктуры исходного состояния титановых сплавов указывает на бимодальный состав зерен: большое количество упрочняющих β -фаз, обогащенных ванадием, внутри α -фаз. Показано, что облучение ионами Au (4,8 МэВ/нуклон, до $1 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$) приводит к локальной диссипации энергии в α -фазе исследуемых материалов и образованию включений со средним размером $2 \pm 1 \text{ нм}$ (Рис. 1). Данные

включения когерентны с матрицей, выстроены вдоль направления облучения и предположительно являются предвыделениями β -фазы.

Облучение стали ODS Eurofer быстрыми ионами Au (4,8 МэВ/нуклон, 1×10^{11} и 5×10^{12} см⁻²) и Хе (1,2 МэВ/нуклон, 1×10^{13} и 1×10^{14} см⁻²) привело к образованию аморфных областей в крупных оксидных частицах (более 8 нм). Эти структурные особенности могут быть треками от прошедших ионов, что согласуется с результатами предыдущих исследований влияния высокоэнергетического воздействия на наноструктуру ДУО стали [2]. Небольшие оксиды (менее 8 нм), частично когерентные с матрицей, стабильны под облучением. Средний размер наблюдаемых треков составляет (3 ± 1) нм, а их плотность пропорционально величине интегрального потока ионов падающих на образец. После облучения ионами Au на границе крупных оксидных частиц наблюдался аморфный переходный слой

Таким образом, в данной работе показана нестабильность упрочняющих наноразмерных фаз и включений в перспективных титановых сплавах и ДУО стали при быстром тяжелоионном облучении.

Работа выполнена при финансовой поддержке Исследовательского центра ФАИР-Россия.

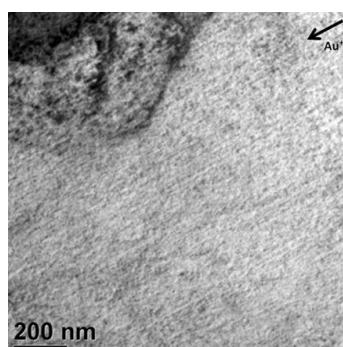


Рис. 1. Характерное светлопольное ПЭМ изображение сплава Ti-5Al-4V-2Zr, облученного ионами Au с энергией 4,8 МэВ/нуклон до 5×10^{12} см⁻² при комнатной температуре. Стрелкой указано направление потока ионов.

1. S.V. Rogozhkin, A.A. Nikitin, N.N. Orlov, T.V. Kulevoy, P.A. Fedin, O.A. Korchuganova, M.A. Kozodaev, A.L. Vasiliev, A.S. Orekhov, N.N. Kolobylna, V.P. Leonov, I.A. Schastlivaya. Inorganic Materials: Applied Research, 2017, 8, 279–285.
2. V.A. Skuratov, V.V. Uglov, J. O'Connell, A.S. Sohatsky, J.H. Neethling, S.V. Rogozhkin. Journal of Nuclear Materials, 2013, 442, 449-457.

Микроструктурный анализ сверхпроводящей ленты на основе YBCO после радиационного облучения ионами ^{131}Xe с различными энергиями

А.В. Овчаров¹, И.А. Каратеев¹, Е.И. Суворова², В.А. Скуратов^{3,4,5}, А.Л. Васильев^{1,2}

¹НИЦ «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия

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

³Объединённый институт ядерных исследований, ЛЯР, 141980 Дубна, Россия

⁴НИЯУ «МИФИ», 115409 Москва, Россия

⁵Государственный университет «Дубна», 141982 Дубна, Россия

Использование сверхпроводящих лент второго поколения на основе $\text{ReBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (ReBCO), где Re – редкоземельный элемент, в модернизации мировой сети линий электропередач и различных приборах требует высоких значений критических параметров. Одним из способов модификации структуры лент является облучение тяжелыми ионами, приводящее к созданию наноразмерных дефектов, которые могут представлять собой центры пиннинга, повышающие токнесущую способность сверхпроводника [1]. Авторами работы [2] были установлены структура радиационных дефектов, увеличение критического тока, а также улучшение механической устойчивости в композитной YBCO(123) ВТСП ленте послеоблучения ионами $^{84}\text{Kr}^{17+}$ с энергией 107 МэВ.

В настоящей работе представлены результаты исследования влияния облучения композитной сверхпроводящей ленты Ag/YBCO/буферные слои (металлические оксиды)/подложка Hastelloy ионами Xe^+ с флюенсами 10^{11} или $5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ и энергиями 167, 77 и 46 МэВ методами электронной микроскопии.

Тонкие образцы (поперечные и планарные срезы) получали с помощью сфокусированного ионного пучка в растровом электронно-ионном микроскопе (РЭИМ) HeliosNanolab 600i. Структуру слоя YBCO и радиационных дефектов в нем изучали методами высокоразрешающей растровой просвечивающей электронной микроскопии и спектроскопии потерь энергии электронов на микроскопе Titan 80-300 и рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии на микроскопе Tecnai Osiris (200 kV X-FEG).

Исследования показали, что при облучении ионами Xe с энергиями в интервале 167 – 46 МэВ в слое сверхпроводника образуются радиационные дефекты с аморфной структурой и другим соотношением элементов Y, Ba,

Сии О по сравнению с YBCO (123) (Рис. 1, 2). Средний диаметр дефектов составляет 5 нм.

Экспериментальная часть работы была частично выполнена на оборудовании Ресурсного Центра Зондовой и Электронной Микроскопии (Курчатовский Комплекс НБИКС-технологий, НИЦ «Курчатовский институт»).

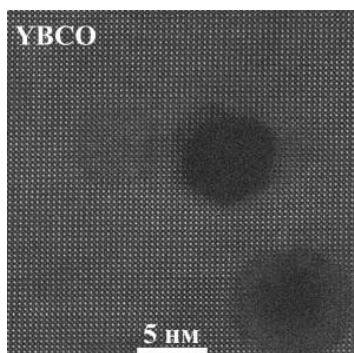


Рис. 1 Радиационные повреждения на ПРЭМ изображении планарного среза слоя YBCO в композите, облучённом ионами ^{131}Xe с энергией 167 МэВ

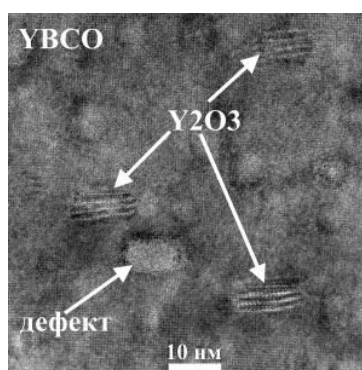


Рис. 2 ПЭМ изображение планарного среза слоя YBCO в композите, облучённом ионами ^{131}Xe с энергией 167 МэВ

1. R. Weinstein, R-P Sawh, et al., Nucl Instrum Methods Phys Res B (2012);272, p. 284
2. E.I. Suvorova, M. Cantoni, et al., Acta Mat., 75 (2014), pp. 71-79

29 августа 2018 года

Приглашенные доклады

Profile Imaging: 35 years old and still truckin

L. D. Marks

Department of Materials Science and Engineering, Northwestern University, Evanston, IL 60201, USA

When the first high resolution electron microscopes started to come on line in the early 1980's, it became possible to image most to all materials at the atomic scale. Fairly rapidly it was recognized that one could view materials in a profile imaging mode and obtain detailed atomic structure including, for instance, surface reconstructions. This was because the lanthanum hexaboride sources used in those days did not suffer from delocalization (which modern, more coherent field sources do), and because of channeling.

While the method quickly became a staple in heterogeneous catalysis research, most metals have rather boring 1×1 surfaces so there is nothing particularly exciting to image. Over the last several years, there has been an increase in interest in a different class of materials, oxides. Part of this is because it is easier to obtain images with aberration-corrected microscopes, although sometimes the images are no better than those from decades ago. More significantly, oxides for their own sake have been growing in importance. Oxides often have much more complex surface structures, and in some cases more classic surface science approaches have difficulties decoding the atomic details.

In this talk I will look at some of the recent progress, mainly work from within my own group on the surfaces of SrTiO_3 , LnScO_3 (Ln=rare earth), KTaO_3 and others. Provided one can overcome the (not new) issue of radiation damage, particularly radiolytic damage, there is a vast amount to do -- not just electron microscopy imaging but also understanding why different types of surfaces form. Some of the current unknowns, including discrepancies between measured positions and the results of density functional calculations will be briefly discussed.

Ultrafast electron diffraction and electron microscopy: Present status and future prospects

S.A. Aseyev¹, A.S. Avilov², V.N Bagratashvili², S.V. Chekalin¹,

V.O. Kompanets¹, B.N. Mironov¹, V.Ya. Panchenko², E.A. Ryabov¹, A.A. Ischenko³

¹*Institute of Spectroscopy, RAS*

²*Federal Scientific-Investigation Centre "Crystallography and Photonics" RAS*

³*Moscow Technological University, M.V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies*

The molecular time scales of structural dynamics require ultrafast methods to study transient states of reactions. This explicitly limits the studies to photochemical processes. The hope is that the insights so gleamed can be generalized to different reaction mechanisms. The fleeting moments of chemical reactions have been studied using optical techniques for decades, with ever-higher time resolution. While in some cases, optical techniques reveal much detail, ultimately these observations are indirect probes of the chemical dynamics [1-3]. The direct probing and understanding of the dynamics of biological, chemical processes, and processes occurring in solids, which are amenable to study in real time, is still in the early stages. The forthcoming information serves as the basis for testing new theoretical approaches to the description of substances in often considered the triad "structure-dynamics-function" [4, 5]. The development of the ultrafast electron diffraction method for research on the coherent nuclear dynamics of molecules and condensed matter made it possible to replace the electron diffraction apparatus by a more sophisticated instrument, the electron microscope. An advantage of the approach is the fact that it extends the scope of research beyond the observation of electron diffraction alone. Combination of spatial nano-resolution and femtosecond temporal resolution constitutes the basis of the atomic movie. However, the potential of an electron microscope of the new generation operating with ultrashort photoelectron pulses is higher than that [6, 7].

Measurements of the kinetic energy of electrons that pass through a sample by a commercial energy analyzer make it possible to determine the spatial, temporal, and spectral characteristics of the sample within a single experimental cycle. It should be noted that a commercial electron microscope adapted to study ultrafast processes usually operates in a single electron probe pulse mode, which allows Coulomb repulsion between particles in the beam to be neglected [7]. This ensures nominal functioning of the magnetic lenses controlling electron beams of standard low intensity and prevents smearing of electron bunches. In the limiting case, such a 4D microscopy actually operates with single-electron wave packets. As far as we know, however, their correct description, unlike that of multielectron wave packets, encounters serious difficulties. Is it possible to 'discover the electron again' by systematically observing its interactions with matter undergoing ultrafast changes? In other words, can some new, unusual properties of single-electron wave packets be expected to emerge if an adapted transmission electron microscope is exploited as a testing device? Naturally, an affirmative answer to these questions would be a pretty bold claim. The identities of a new type [8] allow densities of local pseudo pulses to be transformed into the local pulse density in the analysis of electron wave packet dynamics, substantially simplifying their description. It should be emphasized that creating a new-generation electron microscope is of crucial importance, because successful realization of this project demonstrates the potential of leading national research centers and their ability to work at the forefront of modern science.

Acknowledgements: RFBR Grant 16-29-11670FI_m.

1. *Ищенко А А, Асеев С А, Багратишвили В Н, Панченко В Я, Рябов Е А* УФН **184** 681 (2014)
2. *Ischenko A A, Weber P M, Miller R J D* Chem. Rev. **117** 11066 (2017)
3. *Zewail A H* Annu. Rev. Phys. Chem. **57** 65 (2006)
4. *Zewail A H, Thomas J M* 4D electron microscopy. Imaging in space and time (Imperial College Press, 2010)
5. *Ischenko A A, Aseyev S A* Time Resolved Electron Diffraction: For Chemistry, Biology and Materials Science (San Diego: Elsevier, 2014)
6. *Centurion M* J. Phys. B At. Mol. Opt. Phys. **49** 62002 (2016)
7. *Ryabov A, Baum P* Science **353** 374 (2016)
8. *Minogin V G* Ann. Physics **327** 823 (2012)

Mapping Atomic Motions with Ultrabright Electrons: Realization of the Chemists' Gedanken Experiment

R. J. Dwayne Miller

The Max Planck Institute for the Structure and Dynamics of Matter,

Hamburg Germany and,

Departments of Chemistry and Physics

University of Toronto, Canada

dwayne.miller@mpsd.mpg.de

One of the dream experiments in chemistry has been to watch atomic motions on the primary timescales of chemistry. This prospect would provide a direct observation of the reaction forces, the very essence of chemistry, and the central unifying concept of transition states that links chemistry to biology. This experiment has been referred to as "making the molecular movie" with respect to observing net rms atomic motions during structural changes. Due to the extraordinary requirements for simultaneous spatial-temporal resolution and brightness, it was thought to be an impossible quest and has been previously discussed in the context of the purest form of a Gedankenexperiment. With the development of ultrabright electron sources capable of literally lighting up atomic motions, this experiment has been realized (Siwick et al. *Science* 2003). The first studies focused on relatively simple systems. Further advances in source brightness have opened up even complex organic systems and solution phase reaction dynamics to atomic inspection. A number of different chemical reactions will be discussed from electrocyclization with conserved stereochemistry (Jean-Ruel et al *JCP B* 2013), intermolecular electron transfer for organic systems (Gao et al *Nature* 2013), metal to metal electron transfer (Ishikawa et al, *Science* 2015), to the recent observation of coherently directed bond formation using the classic I_3^- system, in a process analogous to a quantum Newton's cradle (Xian et al *Nature Chem* 2017). These studies have discovered that these nominally 100+ dimensional problems, representing the number of degrees of freedom in the system, distilled down to atomic projections along a few principle reaction coordinates. The most dramatic example will be shown for the first all atom resolved chemical reaction with sub-Å (.01) and 100 fs timescale resolution (Ishakawa, Hayes et al *Science* 2015) –the fundamental space-time resolution to following the primary processes of chemistry. At this resolution, without any detailed analysis, the key large-amplitude modes can be identified by eye from the molecular movie. This reduction in dimensionality appears to be general, arising from the very strong anharmonicity of the many body potential in the barrier crossing region. We now are beginning to see the

underlying physics for the generalized reaction mechanisms that have been empirically discovered over time. The “magic of chemistry” is this enormous reduction in dimensionality in the barrier crossing region that ultimately makes chemical concepts transferrable. How far can this reductionist view be extended with respect to complexity? With further advances in space-time resolution/sensitivity, even quantum aspects will be resolvable, which will be discussed. Further, by exploiting the technology developed for femtosecond dynamics, it is now possible to contemplate atomically resolving individual molecular motions – the new super resolution domain for electrons. Imagine watching DNA unwind, proteins fold, enzyme binding of substrates, ion channel structural changes live. This is the new domain of electron imaging. The physics that will make this possible will be discussed.

Сверхбыстрая электронная дифракция и динамическая просвечивающая электронная микроскопия в Институте спектроскопии РАН

С.А. Асеев¹, С.В. Андреев¹, А.А. Ищенко², В.О. Компанец¹, О.В. Мисочко³,
Б.Н. Миронов¹, С.В. Чекалин¹, Е.А. Рябов¹

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

² Московский технологический университет, Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, 119571, Москва, проспект Вернадского 86, Россия

³ Институт физики твердого тела РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская область, Россия

Представлены результаты исследования динамики процессов, индуцированных фемтосекундным лазерным излучением, на основе зондирования образцов ультракороткими импульсами электронов. Для проведения этих экспериментов использовались созданные в ИСАН сверхбыстрый электронограф и 4D электронный микроскоп. Жесткая синхронизация лазерных и электронных импульсов осуществлялась путем замены термоэмиссионных катодов на фотоэмиссионные, на которые отводилась часть возбуждающего лазерного излучения. На рис. 1 а и 1б приведены изображения установок, созданных для работы с твердотельными образцами.

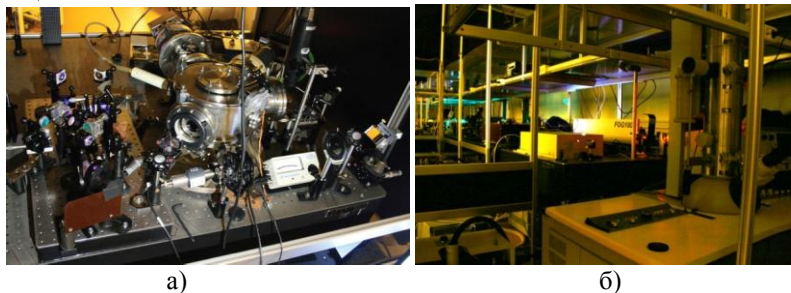


Рис.1. а) – Настольный фемтосекундный электронограф; б) – 4D электронный микроскоп.

Временное разрешение приборов составляет ~ 300 фс для фемтосекундного электронографа [1] и ~ 7 пс для 4D электронного микроскопа, созданного на основе Hitachi H-300 [2]. Продемонстрировано, что в фотоэлектронном режиме созданный прибор обеспечивает высокое пространственное разрешение:

нанометровое – в режиме изображения и атомное – в режиме электронной дифракции.

Методом фемтосекундной электронной дифракции осуществлено прямое наблюдение генерации когерентных оптических фононов в пленке Sb [1]. Схема эксперимента приведена на рис.2а. Образец возбуждался фемтосекундным лазерным излучением на длине волны 800 нм и зондировался фотоэлектронными сгустками ультракороткой длительности. В полученных дифракционных картинах наблюдались осцилляции интенсивности рефлексов, соответствующие частотам колебаний оптических фононов, возбужденных лазерным излучением: полносимметричной A_{1g} (4,6 ТГц) и дважды вырожденной E_g (3,4 ТГц) фононной моды сурьмы, а также колебания $A_{1g} - E_g$ (1,1 ТГц) и $2E_g$ (6,4 ТГц), рис. 2б.

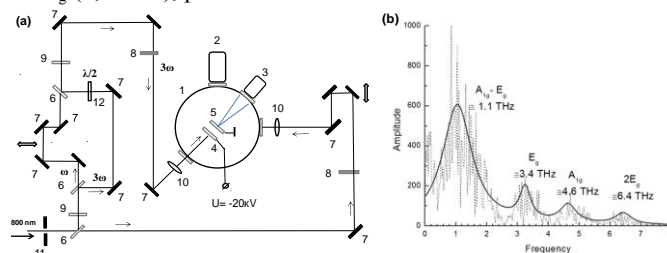


Рис. 2. –а). Схема эксперимента на фемтосекундном электронографе (1 - вакуумная камера, 2 – турбомолекулярный насос, 3- CCD-камера, 4 - серебряный фотокатод, 5 - анод + мишень. - б) Фурье-спектр лазерно-индуцированных осцилляций дифракционного сигнала в пленке сурьмы.

С помощью фемтосекундного электронографа изучено воздействие интенсивного фемтосекундного лазерного излучения на однослойный графен, закреплённый на медной мелкоячейистой сетке [3]. Обнаружена модификация графеново-медной подложки. Выполнен анализ состава образующихся соединений.

Обсуждается возможность использования фемтосекундной электронографии для изучения внутримолекулярных и внутрикластерных процессов в молекулярных пучках.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки России (проект № RFMEFI61316X0054).

1. Б. Н. Миронов, В. О. Компанец, С. А. Асеев, А. А. Иценко, И. В. Кочкиков, О. В. Мисочко, С. В. Чекалин, Е. А. Рябов. ЖЭТФ, 2017, 151, 494–502.

2. С.В. Андреев, С.А. Асеев, В.Н. Баграташвили, Н.С. Воробьев, А.А.Иценко, В.О. Компанец, А.Л. Малиновский, Б.Н. Миронов, А.А. Тимофеев, С.В. Чекалин, Е.В. Шашков, Е.А.Рябов. Квантовая Электроника, 2017, 47, 116-222.

3. Б.Н. Миронов, С.А. Асеев, А.А. Иценко, И.В. Кочкиков, С.В. Чекалин, Е.А. Рябов. Квантовая электроника, 2018, 48 (2), 145–148.

**STATE OF THE ART TEM PRECESSION
DIFFRACTION TECHNIQUES : FROM 3D DIFFRACTION
TOMOGRAPHY TO ORIENTATION IMAGING**

Stavros Nicolopoulos[§]

[§]NanoMEGAS SPRL Blvd Edmond Machtens 79 B-1080 Brussels Belgium

Abstract

Precession Electron Diffraction (PED) had a big impact in TEM related electron crystallography [1,2] the last decade. Many complex crystal structures have been solved (minerals, metals, MOFs, organics etc) from crystals of few nm size. More recently, ADT 3D (automatic diffraction tomography combined with precession diffraction) based on 3D reciprocal space reconstruction from tilted ED series (usually every 1 deg) allows easier unit cell & structure determination from measured ED intensities [3] where atomic positions can be located with picometer level precision via dynamical refinements [4].

Over the last decade more TEM-PED related techniques have emerged ; for instance the development of TEM based orientation/phase mapping techniques (EBSD-TEM like) in combination with PED[2] has pushed their resolution limit at 1 nm (ASTAR technique). Application of ASTAR4D scanning orientation/phase mapping with advanced TEM Cs corrected /FEG instruments has allowed study of wide materials range such as metals /alloys, minerals, semiconductors and even organic materials. On the other hand, PED application with scanning nanodiffraction enables to measure accurately strain (precision up to 0.01%) with 1-3 nm resolution at semiconductor devices, metals and alloys.

The recent application of e-PDF (electron Pair Distribution Function) techniques [5] allows to analyse at local scale Electron Diffraction (ED) patterns even from amorphous materials. e-PDF technique allows to analyse interatomic distances, bonding and possible short/large scale order of nanocrystalline /amorphous

materials at nm scale , enabling to monitor in situ solid state reactions, structure of glassy materials, layered thin films quality and amorphous/ re-crystallization studies in semiconductor devices.

We will present various application examples of PED combination with orientation imaging, ADT 3D and e-PDF studies for studies of materials from characterization of colour pigments in Ancient Roman mosaic glass to high tech semiconductor devices.

[1] Vincent R & Midgley PA (1994) *Ultramicroscopy* 53, 271-282 [2] Rauch E.F, Portillo J, Nicolopoulos S, Bultreys D, Rouvimov S, Moeck P. (2010) *Zeitfur Krist*, 225, 103-109 [3] Kolb U, Gorelik T, Kubel C, Otten M, Hubert D (2007) *Ultramicroscopy*, 107, 507-513 [4] Mugnaioli E., Gemmi M, Merlini M, Gregorkiewitz (2016) *Acta Cryst B* 72, 893-903 [5] T. Egami, S. Billinge *Underneath the Bragg Peaks* Pergamon vol.16

Электронная микроскопия в химии, геологии и
метеоритоведении

Возможности электронной микроскопии в изучении лунного грунта

Мохов А.В.

Институт геологии рудных месторождений (ИГЕМ) РАН, Москва.

Большая часть сведений о Луне получена на основе дистанционных методов. Реальные сведения о минералогии Луны основаны на результатах изучения проб, взятых из девяти точек, причём шесть из них характеризуют морские районы, а три континентальные. Все имеющиеся в распоряжении землян пробы лунного вещества были доставлены в результате полётов шести американских пилотируемых кораблей - Аполлон-11, 12, 14, 15, 16 и 17 (1969-1972 гг.) и трёх советских автоматических возвращаемых станций - Луна-16, 20 и 24 (1970-1976 гг.). В виду крайне незначительного количества доставленного материала именно методы электронной микроскопии являются наиболее эффективным инструментом его изучения.

Аналитическая сканирующая электронная микроскопия (SEM+EDS) является самым оптимальным методом для предварительного просмотра и поиска наиболее интересных частиц реголита содержащих тонкодисперсные минеральные фазы необычного состава. При этом самое пристальное внимание надо обратить на пробоподготовку. Нельзя допустить заражения лунных проб земным и техногенным материалом. Наиболее надёжным и самым простым способом является насыпание тонкодисперсной пробы на графитовый электропроводящий скотч сразу после вскрытия капсулы с лунным грунтом, после чего подготовленный препарат герметично закрывается в стерильной чашке Петри до момента его перенесения в SEM (рис. 1а). Большим подспорьем при поиске и первичной диагностике минеральных фаз является наличие в комплекте навесного оборудования SEM детектора EBSD, что позволяет получать помимо морфологических данных и сведений о составе картины дифракции на отражение. Это позволяет существенно повысить точность диагностики минералов.

На следующем этапе исследований наиболее информативным методом становится аналитическая просвечивающая электронная микроскопия (TEM+EDS). Опять же очень важным фактором является пробоподготовка. Если есть такая возможность, самой эффективной подготовкой образца оказывается вырезание ламели с интересующим фрагментом на двухпучковом электронном микроскопе (FIB). Вырезанная на нем ламель

(рис. 1б) может быть очень детально и наиболее информативна исследована в ТЕМ. В отсутствие FIB найденные в SEM интересные частички реголита могут быть механически перенесены в 3-х мм фторопластовую чашечку, залиты связующим материалом и утонены с помощью оборудования для ионного утонения. В дальнейшем как полученные ламели так и утонённые пластины могут изучаться всем комплексом средств ТЕМ - микро- и нанодифракции, нанолокальным анализом состава и картинами высокого разрешения.

Таким образом совокупность электронно-микроскопических методов с адекватной пробоподготовкой является наиболее мощным средством высоколокального изучения вземного, в частности лунного, вещества.

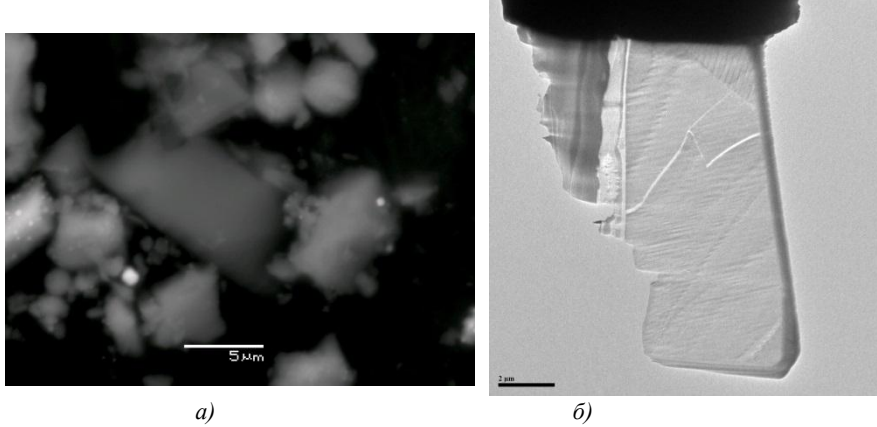


Рис. 1. а) Препарат лунного грунта, СЭМ (JSM 5610-LV); б) вырезанная ламель, ТЕМ (JEM-2100).

Диагностика и изучение природных высокотемпературных стёкол методами электронной микроскопии

Т.А.Горностаева¹, П.В. Флоренский²

¹Институт геологии рудных месторождений (ИГЕМ) РАН, Москва.

²Российский Государственный университет нефти и газа им. И.М.Губкина, Москва.

Стеклообразное состояние вещества – это твёрдое аморфное состояние, получающееся в результате глубокого переохлаждения жидкости. В свою очередь аморфное состояние (от греч. amorphos - бесформенный), характеризуется отсутствием трёхмерной периодичности структуры, характерной для кристаллического состояния. По механизму образования природные стёкла могут быть расплавленными и конденсатными. Расплавленное стекло – аморфное вещество, получившееся в результате расплава и его быстрого застывания; конденсатное стекло – аморфное вещество, получившееся в результате процесса его конденсации из паров. Основным отличием расплавленных стёкол от конденсатных является их морфология, состав, степень раскристаллизованности и диапазон размеров включений.

При сравнительном изучении импактных стёкол кратера Жаманшин [1] и лунных импактных стёкол удалось конкретизировать эти отличительные признаки. Конденсатные импактные стеклзачастую обладают высокой кремнезёмистостью (80–100% SiO₂), наличием кристаллических включений размером 5–20 нм и глобулярной морфологией с диаметрами не превышающими 300 нм [2]. Расплавленные импактные стёкла как правило содержат меньше SiO₂ по сравнению с конденсатными и имеют более крупные включения размером превышающим несколько сотен нм [3]. Исходя из этого на СЭМ (не оборудованном EBSD) возможна только диагностика расплавленных импактных стёкол, тогда как на ПЭМ и расплавленных, и конденсатных.

Идентификация природных стёкол на СЭМ является непростой задачей поскольку непосредственно доказать аморфное состояние в СЭМ весьма затруднительно. Как правило большинство минералов в СЭМ можно диагностировать исходя из стехиометрии их матриц. Что касается стёкол, то они в большинстве случаев имеют нестехеометричный состав и не рассчитываются на известные минералы. Кроме того характерным признаком для стёкол на уровне локальности СЭМ является их морфология: наличие нечётких границ, пор и т.д. Ещё одним критерием может быть наличие явной раскристаллизации в теле матрицы (рис. 1а).

Дополнительным инструментом при изучении стёкол в СЭМ является применение дифракции на отражение (UBSD). Однако этот метод требует наличия такого спектрометра и тщательной подготовки образца. При этом за

счёт низкой интенсивности пучка или несоблюдения требований подготовки можно не получить дифракционной картины, что, однако, не будет являться свидетельством аморфного состояния.

В свою очередь методы ПЭМ позволяют доказать аморфное (электроноаморфное) состояние образца на основании как микродифракционных картин, так и на анализе снимков высокого разрешения (рис. 1б). Поскольку расплавные стёкла, в большинстве случаев раскристаллизованы, то повышение локальности позволяет изучать как непосредственно сами стёкла, так и включения в них. Это же относится и к конденсатным стёклам. Несмотря на то, что они менее раскристаллизованы, чем расплавные, конденсатные стекла содержат некоторое количество нанокристаллических включений. Именно на основании изучения этих нанокристаллов в сочетании с локальным анализом состава стекла можно достигнуть наибольших результатов при изучении редких в природе конденсатных стёкол.

Таким образом, наиболее эффективным способом изучения сочетания природных расплавных и конденсатных стёкол является комбинация методов СЭМ и ПЭМ.

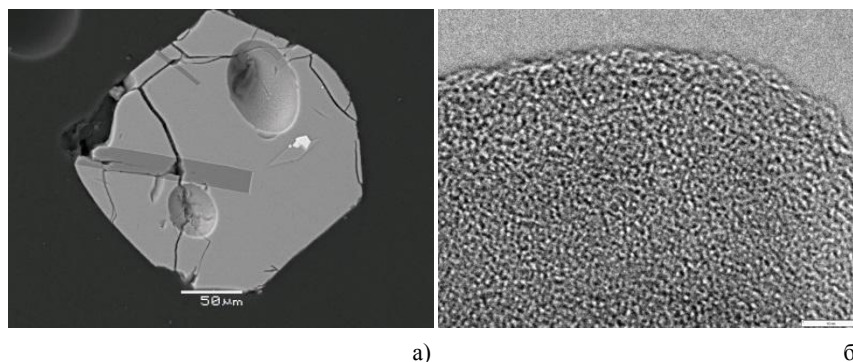


Рис. 1. а) – расплавное стекло жаманшинита, СЭМ (JSM 5610-LV); б) – конденсатное стекло АС «Луна-24», ПЭМ (JEM 2100).

1. *Флоренский П.В., Дабижва А.И.* Метеоритный кратер Жаманшин. М.: Наука. 1980. 128с.
2. *Горностаева Т.А., Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А.* Конденсатные стекла кратера Жаманшин. I: Иргизиты. Петрология. 2016, 24, 1, 3-24.
3. *Горностаева Т.А., Мохов А.В., Карташов П.М., Богатиков О.А.* Конденсатные стекла кратера Жаманшин. I: Иргизиты. Петрология. 2016, 24, 1, 3-24. 172.

О роли современных методов электронной и микронзондовой микроскопии в изучении техногенных отложений Мутновского геотермального комплекса (Южная Камчатка)

И.И. Чернев¹, В.М. Округин², В.В. Козлов³, С.В. Москалева², Е.Ю. Плутахина², Т.М. Философова², В.М. Чубаров², М.В. Чубаров², К.О. Шишканова², Д.А. Яблокова², О.А. Зобенько², М.В. Лукашева³, Скильская Е.Д.²

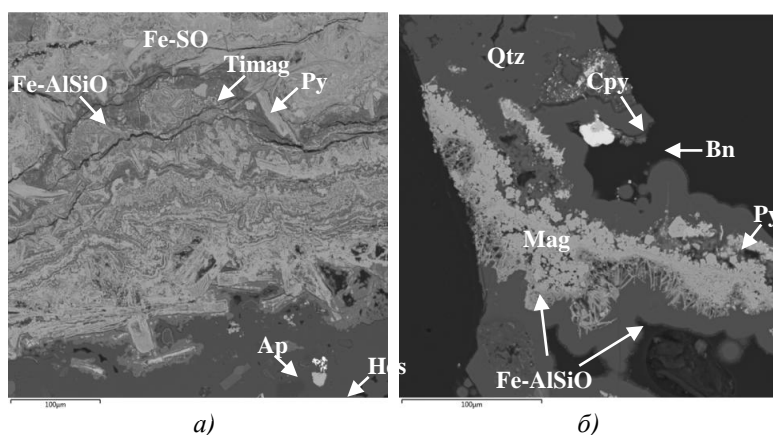
¹ АО «Геотерм», 683980, г. Петропавловск-Камчатский, Академика Королёва 60, Россия

² Институт вулканологии и сейсмологии ДВО РАН, 683009, г. Петропавловск-Камчатский, бульвар пийпа 9, Россия

³ ООО «Tescan», 195220, г. Санкт-Петербург, Гражданский проспект 11, Россия

Мутновский геотермальный комплекс (МГК) - крупнейший на Камчатке, объединяет два блока: Мутновскую и Верхне-Мутновскую геотермальные электростанции мощностью 50 и 12 МВт и в значительной мере обеспечивает электроэнергией Петропавловск-Елизовскую агломерацию.

МГК действует в сложных климатических и горнотехнических условиях, сказывающихся на особенностях эксплуатации оборудования. Одним из главных факторов, осложняющих работу оборудования, - химический состав теплоносителя. Он отличается достаточно высокой минерализацией, вызывающей химическую коррозию и появление минеральных новообразований на стенках сепараторов и трубопроводов.



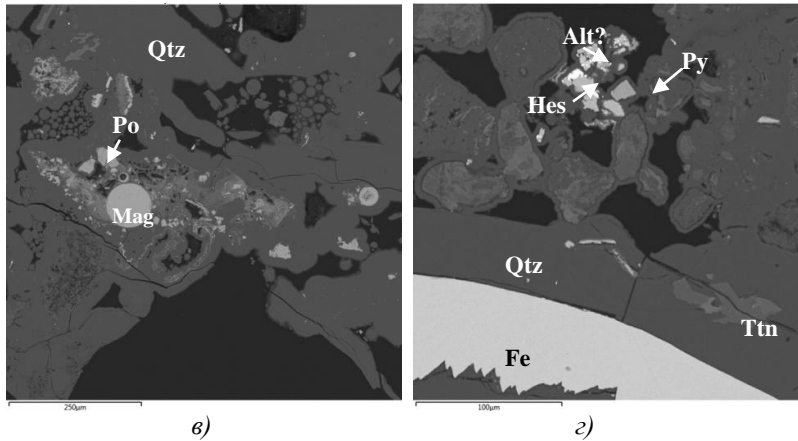


Рис. 1. Микростроение отложений: а– структура сульфатов (Fe-SO) и алюмосиликатов. Включения в кварце (Qtz) плагиоклазов (Pl), апатита (Ap), титаномагнетита (Timag), пирита (Py), пирротина (Po), гессита (Hes); б – прожилок магнетита (Mag) с игольчатыми агрегатами алюмосиликатов Fe в кварце с включениями пирита, халькопирита (Cpy) и блеклых руд (Bn); в – глобулярное строение кремнезема и магнетита с включениями пирротина; г – пирит с гесситом и аллантитом (Alt) (?) в кварце со сфеном (Ttn) и самородным железом (Fe). Фото BSE SEM (Vega 3 Tescan).

Благодаря SEM-EDS: - детально изучен вещественный состав техногенных отложений МГК; - рудные минералы: магнетит, халькопирит, пирит, пирротин, сфалерит, галенит, титаномагнетит, теллуриды серебра, теллуриды золота и серебра, сфен, ильменит; - нерудные минералы: соединения кремнезема - от аморфного (опал-халцедон) до кристаллического (кварц), образующих сферолиты, среди которых, возможно, химически чистый кремний), адуляр, плагиоклаз, хлорит, апатит, сульфаты и алюмосиликаты железа. Технологический цикл МГК сопоставим с химическим реактором, синтезирующим разнообразные соединения, включая благородные металлы.

1. Андреева Е.Д., Охалкин Н.С. К минералогии техногенных отложений Мутновского геотермального комплекса (Южная Камчатка) // Материалы российской конференции студентов, аспирантов и молодых ученых//, М МГУ, 2009. 12-14 с.

2. Чернев И.И. Мутновское геотермальное месторождение: результаты эксплуатации, мониторинг основных параметров, оценка влияния реинженкиции на добычные скважины // Геотермальные и минеральные ресурсы областей современного вулканизма (материалы Международного полевого Курило-Камчатского семинара, 16 июля-6 августа 2005 г.) / Гл. редактор д.г.-м.н. Рычагов С.Н. – П.-Камчатский: «ОТТИСК», 2005., 106-116 с.

Приглашенный доклад

Исследование дефектов упаковки в 4H-SiC методами РЭМ

В.И. Орлов^{1,2}, Е.Е. Якимов¹, Е.Б. Якимов^{1,3}

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

² *Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

³ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*

Дефекты упаковки в 4H-SiC существенно сдерживают применение этого материала в силовой электронике, поскольку они могут вводиться уже при комнатной температуре при инъекции носителей заряда, что приводит к деградации параметров мощных полупроводниковых приборов. В 4H-SiC дефекты упаковки можно рассматривать как гетерополитипные квантовые ямы, что представляет интерес с фундаментальной точки зрения и также стимулирует исследования электрических и оптических свойств этих дефектов. Дефекты упаковки могут вводиться в 4H-SiC, как пластической деформацией при повышенных температурах, так и при облучении электронным или оптическим пучком. В первом случае преимущественно вводятся двойные дефекты упаковки путем движения частичных дислокаций в соседних плоскостях скольжения, а одинарные дефекты упаковки вводятся только в области высоких напряжений. Во втором случае всегда вводятся только одинарные дефекты упаковки. В [1] было исследовано влияние облучения электронным пучком на дефекты упаковки, введенные пластической деформацией, и полученные результаты позволили предположить, что при инъекции неравновесных носителей заряда и при пластической деформации расширение дефектов упаковки происходит за счет скольжения частичных дислокаций разного типа.

В настоящей работе методом катодOLUMИнесценции исследовано влияние отжига на дефекты упаковки, введенные при облучении электронным пучком. Дефекты упаковки вводились в 4H-SiC с концентрацией доноров порядка 10^{14}см^{-3} при комнатной температуре облучением электронным пучком с энергией 25 кэВ и током от 10 до 100 нА. В качестве источника напряжений на образец наносились отпечатки индентора при комнатной температуре под нагрузкой 1 Н. Было обнаружено, что даже кратковременный отжиг при 500°C приводит к уменьшению размеров дефектов упаковки, введенных при комнатной температуре (Рис. 1). Такое поведение можно объяснить, учитывая, что в слаболегированных кристаллах при повышении температуры уровень Ферми понижается и становится ниже уровня, связанного с дефектом

упаковки. При этом, уменьшение размеров дефекта упаковки, приводит к уменьшению энергии. Поэтому, как только частичные дислокации становятся подвижными при повышении температуры, их скольжение приводит к уменьшению размеров дефектов упаковки

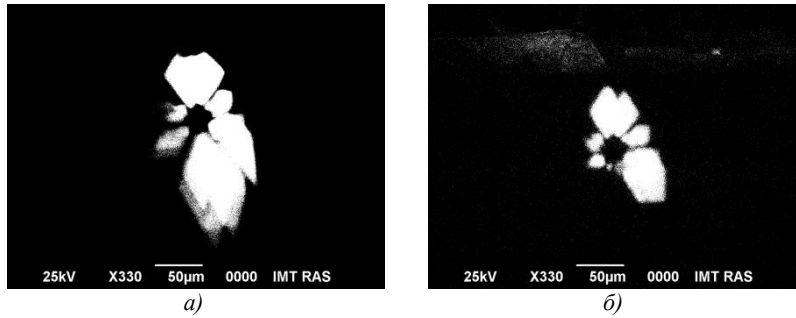


Рис. 1. Изображения дефектов упаковки в режиме катодолуминесценции после облучения электронным пучком (а) и последующего отжига при 500°C в течение 5 мин.

Показано, что при понижении энергии пучка в режиме КЛ выявляются не только дефекты упаковки, но и обрамляющие их частичные дислокации в виде темных линий. Это предоставляет принципиальную возможность для анализа типа частичных дислокаций, способных двигаться в условиях инжекции неравновесных носителей заряда или при повышении температуры.

1. *v.I. Orlov, G. Regula, E.B. Yakimov. Acta Mater., 2017, 139, 155-162.*

Растровая электронная и ионная микроскопия.

In-situ исследования в РЭМ

Исследование влияния облучения электронным пучком в РЭМ на дислокации, введенные при индентировании GaN

П.С. Вергелес¹, Е.Б. Якимов^{1,2}, В.И. Орлов^{3,1}

1 ИПТМ РАН, 142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6, Россия

2 НИТУ МИСиС, 119049, г. Москва, Ленинский пр., 4, Россия

3 ИФТТ РАН, 142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 2, Россия

Твердые растворы III-нитридов на основе GaN привлекают значительный интерес вследствие широкого применения в оптических и электронных приборах. Однако, поскольку наиболее часто используемые подложки, такие как сапфир и SiC, имеют существенное расхождение в параметрах решеток с GaN, эти приборы, как правило, содержат высокую плотность дислокаций, которые могут пагубно влиять на их рабочие параметры. Поэтому исследование процессов генерации и скольжения дислокаций, а также их электрических и оптических свойств представляет, как научный, так и практический интерес.

Дислокации вводились при помощи индентирования как пленок, так и кристаллов GaN, при комнатной температуре. Исследования проводились методами наведенного тока (НТ) и катодолюминесценции (КЛ). Типичное изображение в режиме НТ отпечатка индентора на толстом кристалле GaN приведено на Рис.1а. Хорошо видно, что при индентировании образуется дислокационная розетка, выявляемая в виде темных линий, которая формируется движением дислокаций по нескольким системам скольжения. Дислокации, введенные при индентировании, скользят как в базисной, так и в неполярных плоскостях. При этом дислокации, скользящие в неполярных плоскостях, выявляются в виде прямых линий, ориентированных вдоль направлений $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ и расходящихся от центра отпечатка на расстояние порядка 10-15 мкм. Дислокации, скользящие в базисной плоскости (0001) проявляются в виде темных петель, которые разбегаются на расстояния до 20-25 мкм от центра укола. Измерения в режиме КЛ показали, что некоторая часть дислокаций, ориентированных вдоль направлений $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, давала светлый контраст на длине волны 400 нм.

Для исследования влияния эффекта рекомбинационно-ускоренного скольжения дислокаций (эффект REDG – recombination-enhanced dislocation glide) при инжекции неравновесных носителей заряда было проведено облучение полученных отпечатков низкоэнергетичным электронным пучком. На Рис.1б, в приведен фрагмент отпечатка, показанного на Рис.1а,

до и после продолжительного облучения пучком. Видно, что после облучения появилась линейная дислокация, отсутствующая до облучения (отмечена стрелкой 1). При этом данная дислокация сдвинулась на расстояние более 10 мкм. Из анализа изображений видно, что петлеобразная дислокация тоже подвержена эффекту REDG – в области, отмеченной стрелкой 2, происходит сдвиг дислокации. При этом наши исследования показали, что в отличие от дислокаций, лежащих в неполярных плоскостях, дислокации в базисной плоскости (0001) очень слабо реагируют на облучение электронным пучком – изменения происходят лишь в редких случаях и смещение не превышает 1-2 мкм.

Таким образом, исходя из полученных результатов можно сделать следующие выводы. Под воздействием нагрузки дислокации в базисной плоскости (0001) двигаются на большие расстояния, чем в неполярных. Однако, при облучении низкоэнергетичным электронным пучком наблюдается обратная картина: в базисной плоскости дислокации практически не двигаются при облучении, в то время как в наклонных плоскостях скользит гораздо большее их количество и они могут передвигаться на расстояния свыше 10 мкм.

П.С. Вергелес выражает благодарность за поддержку работы Российскому фонду фундаментальных исследований (грант №18-32-00323 мол_а).

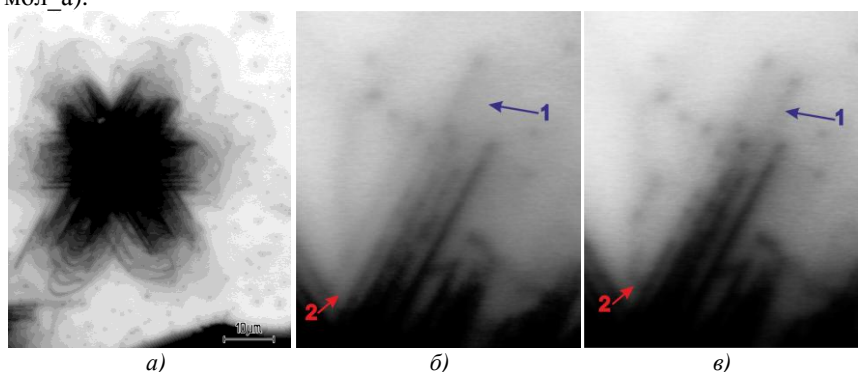


Рис. 1. а) Изображение фрагмента в режиме НТ отпечатка индентора, созданного при нагрузке 0.4 Н до облучения электронным пучком. б) Изображение фрагмента отпечатка индентора до облучения. в) Изображение того же фрагмента после продолжительного облучения электронным пучком.

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ НАНО-ПРОВОЛОКИ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ: ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ С ЭЛЕМЕНТНЫМ АНАЛИЗОМ

Д.Л.Загорский¹, В.В.Артёмов¹, С.А.Бедин^{1,2}, И.М.Долуденко^{1,3},
А.С.Шаталов^{1,3}, С.А.Хечумян^{1,4}

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

²Московский педагогический государственный университет

³НИУ «Высшая школа экономики», Москва, Россия

⁴Московский Государственный университет, Ленинские горы, Москва, Россия

Одномерные наноматериалы- металлические нанопроволоки (НП) в последнее время привлекают большое внимание ввиду широких возможностей практического применения [1]. Можно выделить несколько основных типов НП- однокомпонентные (из одного металла) и многокомпонентные (два или несколько металлов). В последнем случае НП могут быть как однородными (сплавы), так и гетерогенными- т.н. слоевые НП [2-4]. Во всех случаях важен выбор условий роста и во всех случаях основным способом анализа получающихся структур является электронная микроскопия.

В настоящей работе проводился методом гальванического осаждения в поры трековых матриц проводился рост НП различных типов. Полученные массивы НП исследовались на СЭМ FEI QUANTA 200 3D. Впервые удалось получить изображение среза полимерной матрицы с однокомпонентными нанопроволоками. Для роста Fe и Ni НП определено влияние различных добавок. Показано, что лучшее действие оказывает Бутиндиол, который приводит к равномерному росту НП и выравниванию их поверхности.

Гальванический метод даёт возможность получения слоевых НП проводя электроосаждение из одного раствора. Однако в этом случае необходим подбор как электролита, так и режимов процесса. Большой интерес представляют НП с чередованием слоёв [5]. В настоящей работе были получены такие НП с чередованием меди и никеля. Для определения оптимальных потенциалов первоначально проводилось осаждение на плоскую поверхность. Была проведена серия экспериментов с последовательным увеличением ростового напряжения. В процессе получения фиксировалась сила тока на гальванической ванне. На рис. 1 представлена зависимость соотношения концентраций от прикладываемого потенциала. Ясно, что для осаждения слоя «меди» необходимо выбирать максимальный потенциал при котором концентрация никеля ещё минимальна. Для слоя «никеля» необходим минимальный потенциал при котором его концентрация уже достигла максимума.

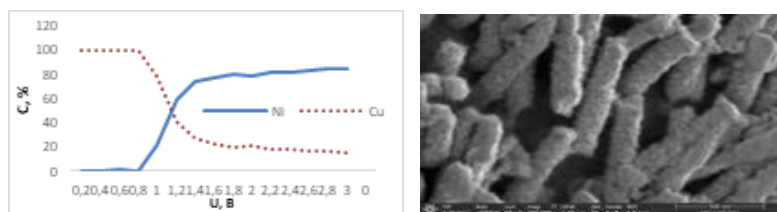


Рис.1. НП Cu/Ni: слева- концентрации от напряжения, справа -СЭМ массива НП.

Данные СЭМ и проведённого элементного анализа показали, что оптимальные потенциалы для осаждения слоя меди 0,8 В, (так как концентрация меди остается равной 100%, а поверхность остается гладкой). Оптимальный потенциал для получения слоя никеля 1,8 В- при этом концентрация никеля почти максимальна (при меньшем потенциале концентрация никеля ещё недостаточна, а с увеличением потенциала выше 1.8 В качество НП ухудшается). Полученные результаты использовались при росте слоевых НП Ni/Cu.

На следующем этапе проводилось осаждение массивов НП в магнитном поле. К поверхности матрицы прикладывался магнит разными полюсами. Величина магнитной индукции равнялась 0,25 Тл. СЭМ исследование показало, что на вершинах НП, выращенных при приложении северного полюса заметны углубления, а сама верхняя часть имеет форму трубки. Данная часть НП соответствует слою никеля, который рос при большем потенциале. Можно предположить, что все слои никеля являются полыми внутри и «запечатаны» осаждёнными затем слоями меди, образуя таким образом подобие капсулы. Для образца, к которому прикладывался магнит южным полюсом, не было замечено образования полостей, однако длина НП заметно увеличивалась. Рентгеноструктурный анализ показал заметное различие спектров и появление текстуры, зависящей от направления магнитного поля.

Благодарности. Синтез нанопроволок, СЭМ и рентгеноструктурные измерения проводилось в рамках государственного задания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН - при поддержке Федерального агентства научных организаций (соглашение № 007-ГЗ/ЧЗ363/26). Авторы благодарны проф. П.Ю. Апелю (ОИЯИ, г. Дубна) за предоставление образцов мембран.

Список литературы

1. C.R. Martin, Science 266, 1961 (1994).
2. M. Vazquez (editor). Magnetic Nano- and Microwires, Woodhead, Elsevier, 2015.
3. N. Ljuri. Electrodeposited NWs and Their Applications, InTech, Croatia, 2010.
4. А.А. Давыдов, В.М. Волгин. Электрохимия, Т.52, №96, 905 (2016).
5. С.А. Никитин Гигантское магнитосопротивление, Сорос. обр.ж. Т.8, №2. 92, 2004

Исследование морфологии поверхности и эффективности гетеропереходных фотоэлектрических преобразователей на основе квазимонокристаллических кремниевых пластин

В.Н. Вербицкий¹, Д.В. Жилина², И.А. Няпшаев^{1,2}, Е.И. Теруков^{1,2}

¹ ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, г. Санкт-Петербург, Политехническая улица, д.26, Россия

² НТЦ тонкопленочных технологий в энергетике, 194064, г. Санкт-Петербург, Политехническая улица, д.2, Россия

В работе представлены результаты изготовления гетероструктурных солнечных элементов (НПТ – Heterojunction with Intrinsic Thin layer) на подложках квази-монокристаллического кремния (mono-like Si), выращенного методом направленной кристаллизации (DS). Поскольку особенностью mono-like Si является наличие включений с различными кристаллографическими ориентациями, то для выявления особенностей формирования рельефа на поверхности, формируемого в процессе анизотропного жидкофазного химического текстурирования, была использована растровая электронная микроскопия (SEM AIS2300C, Seron Technologies, Ю. Корея). Для изготовления НПТ – элементов использовались пластины mono-like 156x156 мм² с n-типом проводимости и долей монокристалличности более 95%. В качестве референсных образцов использованы монокристаллические пластины (mono Si), выращенных методом Чохральского (Cz), с аналогичным типом проводимости и габаритными размерами.

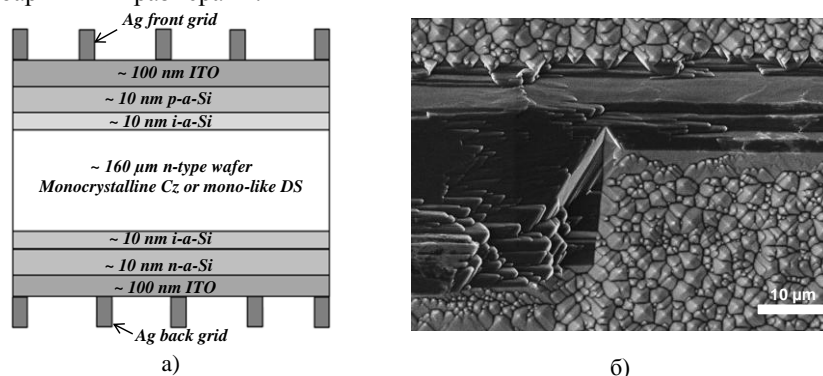


Рис.1. Структура НПТ-элемента (а) и СЭМ изображением поверхности mono-like пластины после формирования рельефа и осаждения a-Si:H.

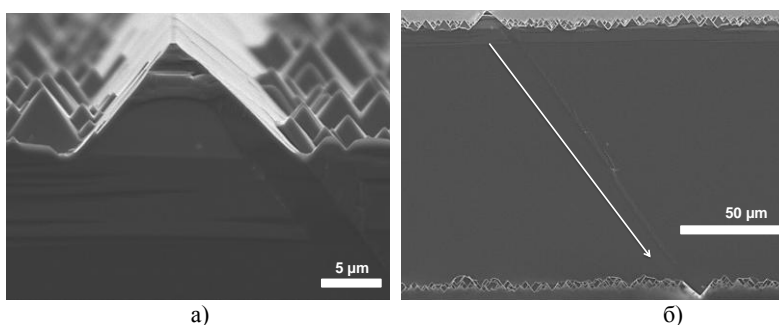


Рис.2. СЭМ изображение скола поверхности пластины mono-like после формирования рельефа и осаждения a-Si:H. а) приближенная верхняя часть рисунка (б). Белой стрелкой на (б) указано смещение области с другой кристаллографической ориентацией.

Наличие в mono-like пластинах включений с кристаллографической ориентацией отличной от (100) привело к формированию на поверхности областей с отсутствием пирамид (рис.1.б), поскольку процесс анизотропного текстурирования чувствителен к ориентации граней. При рассмотрении сколов (рис.2) можно наблюдать возвышение таких областей над поверхностью. Их смещение относительно верхней и нижней части пластины связано с особенностью выращивания mono-like слитков (процесс затвердевание снизу от центра к краям тигля).

Поскольку пластины mono-like обладали большой долей монокристалличности (более 95%), разница между отражением от поверхности по сравнению с референсными образцами (mono Si) была не существенна. Наблюдалось расхождение во времени жизни и эффективности фотоэлектрического преобразования НТТ-элементов на основе mono-like (400 мкс, 19% - без геттерирования, 1 мс, 20% – с геттерированием) и mono Si (2мс, 23%). Различия связаны с качеством объемного материала подложки. Границы (включения и стыки областей) в mono-like пластинах являются зонами дефектов (дислокаций, примесей), кроме того при выращивании mono-like слитков загрязнения из расплава не удаляются, а идет их перераспределения в процессе роста. Таким образом качество mono-like пластин меняется в зависимости от расположения в слитке и наличия включений.

Работа выполнена при поддержке Федерального государственного бюджетного учреждения «Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере» (договор №205ГРНТИС5/35920 от 07.08.2017).

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

Ультроструктура жгутиков *Helicobacter pylori*.

В.Г. Жуховицкий^{1,2}, Т.А. Смирнова¹, Н.В.Шевлягина¹, Л.В. Диденко¹

¹ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н.Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, дом 18

²ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 119991, Москва, ул. Трубецкая, д.8, стр. 2

Helicobacter pylori, инфицирующий не менее половины человеческой популяции, является этиопатогенетическим фактором гастрита, язвенной болезни желудка и двенадцатиперстной кишки, а также расценивается как фактор риска возникновения некоторых форм рака желудка [1]. Одним из ключевых факторов патогенности *H. pylori* являются жгутики, посредством которых инициируется процесс колонизации слизистой оболочки желудка [2].

Цель исследования: описание ультроструктурных особенностей жгутиков *H. pylori* в условиях культивирования *in vitro* и в биопсийных образцах слизистой оболочки антрального отдела желудка больных язвенной болезнью двенадцатиперстной кишки.

В работе были использованы как эталонные штаммы *H. pylori* NCTC 11637 и NCTC 11639, так и штаммы *H. pylori* клинического происхождения, свежевыделенные из слизистой оболочки антрального отдела желудка пациентов, страдающих язвенной болезнью двенадцатиперстной кишки. Опытные образцы изучались с помощью трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ): культуры бактерий – посредством негативного контрастирования (НК), биоптаты – посредством ультратонких срезов (УТС). Препараты для негативного контрастирования, фиксированные по Ito-Karnovsky [3], наносились на медные сетки, покрытые формваровой пленкой, укрепленной углеродом и контрастировались 1%-ным водным раствором молибдата аммония [4]. Биоптаты, фиксированные по Ito-Karnovsky [3], заливались в полимерную метакрилатную смолу LR-White [4]; ультратонкие срезы, изготовленные с помощью ультратома LKB-3, контрастировались по Reynolds [5]. Все образцы были изучены в трансмиссионном электронном микроскопе JEM-100 B (Jeol, Япония) при ускоряющем напряжении 80 kV.

Наличие жгутиков у отдельных бактериальных клеток культур как эталонных, так и свежевыделенных штаммов было продемонстрировано как посредством НК (рис. 1), так и УТС (рис. 2). На продольных срезах жгутика можно было видеть наружный электронно-плотный слой и

внутреннее содержимое в виде нити, на поперечных срезах жгутик выглядел в виде кольцевидной структуры с центрально расположенным электронно-плотным веществом в виде точки (рис. 2). Жгутики были обнаружены и у клеток *H. pylori* с дефектной клеточной стенкой (рис. 2). При культивировании на среде с антибиотиками жгутики приобретали утолщенную форму – в особенности, в базальной своей части (рис. 3). Свежевыделенные штаммы *H. pylori* обладали более выраженным жгутиковым аппаратом, нежели эталонные штаммы.

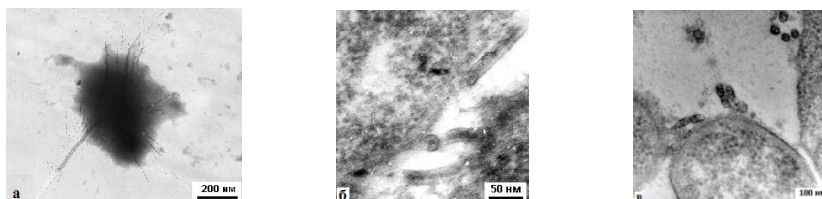


Рис. 1. Жгутики клеток *Helicobacter pylori* в чистой культуре (негативное контрастирование – а, ультратонкие срезы – б, в).

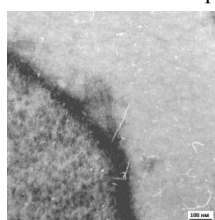


Рис. 2. Жгутики клетки *H. pylori* с дефектной клеточной стенкой эпителиоцитов



Рис. 3. Жгутик клетки *H. pylori* на среде с антибиотиками

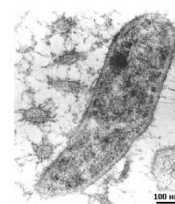


Рис. 4. Бактериальные клетки, связанные с ворсинками эпителиоцитов;

В биоптатах слизистой оболочки желудка обнаруживалось значительное количество изогнутых, спиралевидных, U-образных, округлых клеток, по морфологии идентичных *H. pylori* и контактировавших с ворсинками эпителиоцитов; зачастую вблизи бактериальных клеток визуализировались жгутики (рис. 4).

Список литературы:

1. *N.R. Salama, M.L. Hartung, A. Müller.* Nat. Rev. Microbiol., 2013, 11 (6), 385-399.
2. *M.R. Amieva, E.M. El-Omar.* Gastroenterology, 2008, 134, 306-323.
3. *S. Ito, M. Karnovsky.* J. Cell Biol., 1969, 39, 168-169.
4. *E. Reynolds.* J. Cell Biol., 1963, 17, 208-212.
5. *Т.А. Смирнова, Л.В. Диденко, И.Г. Тиганова и соавт.* Биотехнология, 2009, 5, 16-23.

Особенности компактизации хроматина в хромосомах растений с гигантским геномом

Е.В. Шеваль^{1,2}

¹ НИИ физико-химической биологии имени А.Н. Белозерского МГУ, г. Москва, Россия

² Кафедра клеточной биологии и гистологии, биологический факультет МГУ, г. Москва, Россия

Изучение механизмов компактизации хроматина в составе митотических хромосом остается одной из наиболее сложных проблем современной структурной биологии. Экспериментальные данные о внутренней организации хромосом получены, в основном, с использованием небольшого числа животных с небольшим геномом (человек, мышь, сирийский хомячок и т.д.). У растений с гигантским геномом хромосомы многократно больше, чем хорошо изученные хромосомы животных, и их организация практически не изучена [1]. Известно, что в осевой области анафазных и телофазных хроматид некоторых растений выявляются полости, не содержащие хроматин (chromatin-free compartment) [2-6]. Мы обнаружили, что такая организация выявляется у растений с крупными хромосомами (среднее 2С содержание ДНК на хромосому более 0.8 пг). Используя комбинацию мечения сегментов хромосом с помощью EdU и электронно-микроскопическую морфометрию, мы выявили в хромосомах *Nigella damascena* два высших уровня фибриллярной компактизации хроматина: ~150 нм хромонема и ~300 нм фибрилла. Это сходно с уровнями компактизации, описанными для животных, однако наличие полостей в осевой области свидетельствует о принципиально иной топологии фолдинга хроматиновых фибрилл. По-видимому, изменение принципа пространственной компактизации хроматиновых фибрилл, а не увеличение уровней их компактизации, позволило увеличить размер хромосом в ходе эволюции растений.

1. M.A. Kuznetsova, E.V. Sheval. Cell Biology International, 2016, 40, 1140–1151.
2. J.G. Lafontaine, L.A. Chouinard. J Cell Biol, 1963, 17, 167–201.
3. E. Sparvoli, Y. Gay, B.P. Kaufmann. Chromosoma, 1965, 16, 415–435.
4. В.Ю. Поляков, Ю.С. Ченцов. Ультраструктура клеточного ядра, 1974.
5. S. Hao, M. Xing, M. Jiao. Cell Biol Int Rep, 1988, 12, 627–635.
6. S. Hao, M. Jiao, B. Huang. Chromosoma, 1990, 99, 371–378.

Визуализация комплекса аденовирусной ДНК (ОА7) с концевыми белками.

Лисицын Ф.В.¹, Манькин А.А.¹, Revet В.², Народицкий Б.С.¹

¹ФГБУ ФНИЦЭМ им Н.Ф. Гамалеи Минздрава России, Москва.

²Gustave Roussy Cancer Centre, Villejuif, France

Конформация ДНК аденовирусов обезьян седьмого типа (ОА7) имеет сложную структуру внутри вирусного капсида, которая похожа на организацию хроматина в клетках. Роль нуклеосом при этом исполняют подобные структуры, названные аденосомами и расположенные внутри капсида по принципу «бильярдных шаров». В работе исследовали ДНК ОА7 с концевыми белками, о которых известно, что они ковалентно связаны с концевыми участками ДНК. Функции концевых белков заключается в том, что они выполняют особую роль, превращая линейную молекулу ДНК в кольцевую. Комплекс ДНК-концевые белки получали путем обработки сердцевин аденовирусов гуанидинхлоридом. Электронно-микроскопически определяли размеры и конформацию концевых замыкающих белков, наблюдаемых при размыкании кольцевой структуры их комплекса с ДНК, в линейную. В препаратах комплекса, приготовленных по методике Дюбоше [1], заключающейся в том, что используемый амиламин позволяет готовить препараты ДНК без экранирующего белка цитохром С, наблюдали три типа молекул: линейные, кольцевые и олигомерные, причем на концах линейных молекул хорошо различимы сфероподобные структуры, диаметр которых составлял 2,5 диаметра нитей ДНК и варьировал в пределах 10%. Факту отсутствия этих структур на кольцевой молекуле и присутствия их на линейной мы предлагаем следующее объяснение: в кольцевой форме комплекса концевые белки представляют собой вытянутые структуры, так, что поперечный размер каждого белка существенно не превышает диаметра двухтяжевой ДНК. При размыкании происходит конформационные изменения белка и он приобретает глобулярный вид (рис. 1). Принимая, что слой напыленного металла на ДНК и белок одинаковы можно легко оценить диаметр белковой сферы из отношения $-D(\text{ДНК})/D(\text{белка})=1/2.5$. То есть диаметр белка составит $5 \pm 0,5$ нм и, следовательно, глобулы с таким диаметром соответствуют молекулярному весу 50-55 КД. Эта цифра очень близка к 55 КД, которая определяется электрофоретическим методом. Возможно, что аналогичный конформационный переход может

иметь место и в других известных комплексах вирусных нуклеиновых кислот с ковалентносвязанными через 5' конец замыкающими белками (бактериофаг Ф29, пикорнавирусы и т.д.).

[1] – *Dubochet J. et al* “A new preparation method for dark-field electron microscopy of biomacromolecules”, *J. ultrastructure research*, 1971, v. 35, pp, 147-167.

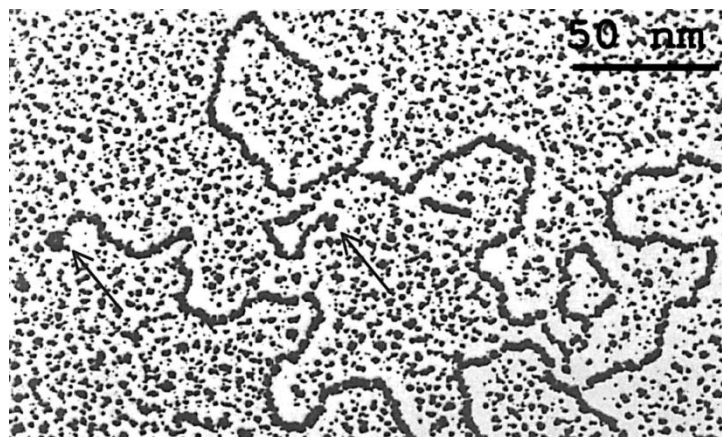


Рис. 1. Концевые белки на молекуле ДНК ОА7, стрелками указаны концевые белки в глобулярной форме.

Структурные преобразования мезенхимальных стволовых клеток при контакте с биоактивными покрытиями на имплантатах

Н.Г. Плехова¹, И.Н. Ляпун², Е.И. Дробот², Д.В. Шевчук¹, С.В. Зиновьев¹, С.В. Гнеденков³, С.Л. Синебрюхов³, А.В. Пузь³

¹ *ФГБОУ ВО Тихоокеанский государственный медицинский университет Минздрава России, Владивосток, пр. Острякова 2. Россия, 690002*

² *ФГБНУ НИИ эпидемиологии и микробиологии имени Г.П. Сомова РАН, Владивосток, Сельская, 1, Россия*

³ *ФГБНУ «Институт химии» ДВО РАН дальневосточного отделения Российской академии наук, г. Владивосток, пр. 100-летия Владивостока, 159, Россия*

Создание имплантатов из биodeградируемых материалов предполагает улучшение его биосовместимых свойств. Такие свойства прежде всего предполагают повышение регенераторного потенциала костной ткани в месте перелома с сокращением сроков его репарации, сопоставимой со скоростью резорбции материала. Материалы с указанными свойствами должны быть биосовместимыми, т.е. не отторгаться и не угнетать морфогенетического потенциала окружающих тканей, поддерживать дифференцировку собственных стромальных стволовых клеток надкостницы, иметь открытую пористость и взаимосвязанность пор для обеспечения биологических потоков и заселения клетками. С этих позиций к одному из материалов, который перспективен для использования в качестве биodeградируемого имплантата, относится магний (Mg). С другой стороны, необходимо отметить значение иммуномодулирующего действия мультипотентных мезенхимальных стромальных клеток (МСК) костного мозга при регенерации костной ткани в месте внедрения имплантата. Присутствие этих клеток в месте остеоинтеграции на границе раздела «кость-имплантат» оказывает существенное влияние на развитие воспаления и вносит критический вклад в процесс полноценного завершения восстановления разрушенных участков ткани.

С помощью растровой электронной микроскопии изучена архитектура поверхности МСК в процессе их дифференцировки в остеобласты при контакте с магниевый сплав МА8 (Mg 1) без покрытия; с кальций-фосфатным покрытием Ca/P=1:1 на МА8, сформированным

методом плазменного электролитического оксидирования (ПЭО, Mg 2); и с, предварительно сформированным ПЭО-слоем на МА8, содержащем частицы ультрадисперсный политетрафторэтилен (УПТФЭ, Mg 3). Изображения получены с помощью сканирующего электронного микроскопа сверхвысокого разрешения Ultra Plus (Carl Zeiss) с приставкой рентгеновского микроанализа.

Известно, что МСК неоднородны по морфологическим признакам и потенциалу их способности к делению. Наибольшим потенциалом к пролиферации обладают небольшие клетки (диаметр 10 мкм), а по мере преобразования в остеоциты (длина 20 мкм с поперечной осью 10 мкм), эти клетки утрачивают способность к пролиферации. Установлено, что наибольший процент клеток с морфологическими признаками остеоцитов наблюдался при контакте с поверхностью комплексного покрытия УПТФЭ на магнии. Как показано на рисунке, эти клетки находились в плотной адгезии к поверхности, имели многочисленные разветвленные отростки и сложную архитектуру. В целом, эти признаки демонстрировали структуру дифференцированных МСК в направлении остеоцитов. Клетки с подобной структурой обнаруживались также на кальций-фосфатном покрытии, но в меньшем количестве. При контакте с поверхностью магния без покрытия наблюдалась архитектура клеток, соответствующая их принадлежности к малодифференцированным, стволовым. На что указывало отсутствие выраженных складок на клеточной поверхности и распластанных по поверхности образца отростков.

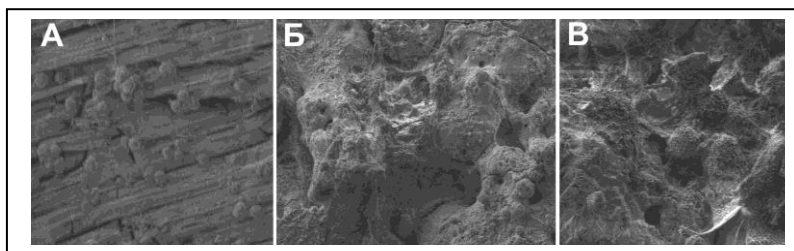


Рис. 1. Изображения СЭМ (ULTRA PLUS-40-50, ЕНТ=2,00 kV) МСК на поверхности магния без покрытия (А); кальций фосфатном ПЭО покрытии (Б); комплексном с ультрадисперсным политетрафторэтиленом ПЭО покрытии (В) через 10 суток контакта.

Таким образом, с помощью СЭМ установлено, что архитектура поверхности МСК значительно преобразуется под влиянием комплексного с ультрадисперсным политетрафторэтиленом ПЭО покрытия на магнии, что указывает на его остеоиндуктивные свойства.

Ультраструктура внутриклеточных органелл при апоптозе

Е.С. Снигиревская, А.В. Мошков, Я.Ю. Комиссарчик
Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург

Апоптоз, одно из центральных событий в жизни организмов, обладает высокой консервативностью и наблюдается у всех эукариот от простейших до высших организмов. Он необходим как защитный механизм элиминации дефектных клеток и инициируется нарушениями баланса между про- и антиапоптозными факторами. Основными регулируемым исполнителями апоптоза в клетке можно считать рецепторы смерти, митохондрии, эндоплазматический ретикулум (ЭР), аппарат Гольджи (АГ) и убиквитин-протеасомную систему (УПС). Внутриклеточные органеллы являются не только источниками регуляторных молекул, создающих сигнальные пути апоптоза, но и сами представляют собой мишени для воздействия регуляторных факторов. Важно, что при апоптозе, который является энерго-зависимым процессом, функции клеточных органелл затухают, в основном, на последних, терминальных, этапах апоптоза, тогда как на стадиях инициации и осуществления апоптоза многие ключевые ферментные системы активизируются, способствуя высокоэнергетическому состоянию клетки. Хорошо известно, что основная роль в запуске апоптоза по внешнему сигнальному пути принадлежит рецепторам смерти, локализованным на плазматической мембране клеток, относящимся к суперсемейству генов рецепторов TNF (tumor necrosis factor). Связывание лиганда с рецептором смерти вызывает каскад биохимических событий, приводящий к активации каспазы-8. Как только каспаза-8 активируется, запускается фаза экзекуции апоптоза [1].

Кардинальное событие внутреннего, или митохондриального, пути - повышение проницаемости наружной мембраны митохондрий, выход из них цитохрома С и как конечный этап этого каскада активация каспазы 9, которая в свою очередь активирует про-каспазу 3 до эффекторной каспазы 3. Активация каспаз совершается каскадом, который неминуемо приведет к активации каспаз 3, 6, и 7 путем протеолиза. Эффекторные каспазы расщепляют друг друга, что усиливает и распространяет процесс каскада каспаз [2].

В настоящем докладе мы продемонстрируем ультраструктурные изменения внутриклеточных органелл при апоптозе, выявляемые с помощью различных методов электронной микроскопии [3].

Предполагается также рассмотреть теоретические вопросы структурно-функциональной организации клетки, переходящей в апоптоз, и некоторые аспекты практического использования полученных данных, в частности, разработки медицинских препаратов для лечения раковых больных.

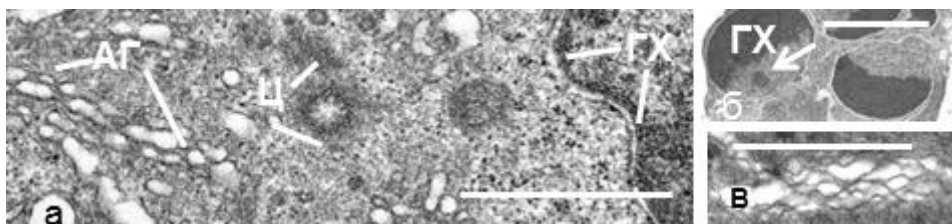


Рис.1. Ультратонкие срезы клеток U-937 в норме (а) и при индукции апоптоза (б,в). а — основные органеллы (АГ — аппарат Гольджи, Ц — центриоли, М — митохондрия, ГХ — гетерохроматин); б — фрагменты ядра с серповидным распределением хроматина, стрелкой указан внутриядерный агрегат — HERDS; в — вакуализированный АГ, расположенный на периферии клетки. Bar — 1мкм.

1. F.C.Kischkel, S.Hellbardt, I.Behrmann, M.Germer, M. Pawlita, P.H.Krammer, M.E. Peter. *Embo J* (1995),14, 5579–88.

2. J.C. Martinou, R.J.Youle. *Cell Death Differ.*(2006),13, 1291–1295

3. E.S. Snigirevskaya, Ya.Yu. Komissarchik. *Acta Histochemica* (2017) 119: 471-480.

Новый механизм формирования амилоидных фибрилл

О.М. Селиванова¹, А.К. Сурин¹, В.В. Рогачевский², М.Ю. Суворина¹, А.В. Глякина¹, О.В. Галзитская¹

¹Институт белка РАН, Проспект науки, 4, г. Пуцино, Московская область, 142290, РФ

²Институт биофизики клетки, Проспект науки, 3, г. Пуцино, Московская область, 142290, РФ

A β (1-42) пептид связывают с таким нейродегенеративным заболеванием, как болезнь Альцгеймера (БА). Одним из признаков заболевания БА является наличие в мозге человека агрегатов (депозитов), состоящих из фибрилл A β (1-42) пептида.

В настоящее время существует представление, что все амилоидные фибриллы построены из ряда филаментов (от 2-х до 6-ти), которые представляют собой β -листы проходящие параллельно вдоль всей оси фибриллы. Сами β -листы сформированы из β -тяжей, расположенных перпендикулярно оси фибриллы. С учетом параметров фибрилл β -лист может иметь ширину до 10 нм и длину до 15 мкм [1]. Существует большое число работ, в которых согласно данным крио-ЭМ предлагаются модели укладки β -листов в амилоидных фибриллах [2].

С помощью биоинформатических методов можно определить в белках/пептидах аминокислотные последовательности, наиболее склонные к формированию фибрилл [3]. В последовательности A β (1-42) пептида нами были предсказаны и синтезированы три таких фрагмента: A β (16-25), A β (31-40) и A β (33-42). Короткие амилоидогенные фрагменты легче синтезировать, они быстрее формируют фибриллы и поэтому более удобны при исследовании механизма амилоидообразования.

Согласно данным ЭМ все три пептида способны к самоорганизации в полимерные структуры. При этом фрагменты A β (31-40) агрегирует в виде лент и пучков, A β (33-42) в виде шероховатых жгутов, а фрагмент A β (16-25) демонстрирует необычную полимеризацию в виде пленок (Рис.1).

При большом увеличении заметно, что все полимеры построены из кольцевых олигомеров с наружным диаметром около 6-7 нм, внутренним диаметром около 2-3 нм, а в местах перегиба самых тонких фибрилл наблюдается размер около 3 нм, что дает приблизительную высоту кольца. Кольцевые олигомеры ассоциируют друг с другом боковыми сторонами кольца к кольцу или слегка перекрывают друг друга. Такое формирование

фибрилл хорошо видно при улучшении качества ЭМ изображений по методу Маркхама (Markham rotation techniques) [4].

Согласно нашим ЭМ данным мы предлагаем новый механизм формирования фибрилл, при котором основным строительным блоком является кольцевой олигомер. Формирование фибрилл происходит при ассоциации олигомеров друг с другом. Молекулярная организация олигомеров белков/пептидов зависит от их аминокислотной последовательности, а способ ассоциации определяет морфологические особенности фибрилл. Такая организация амилоидных фибрилл легче объясняет присущий амилоидным фибриллам полиморфизм, их дробление и ветвление.

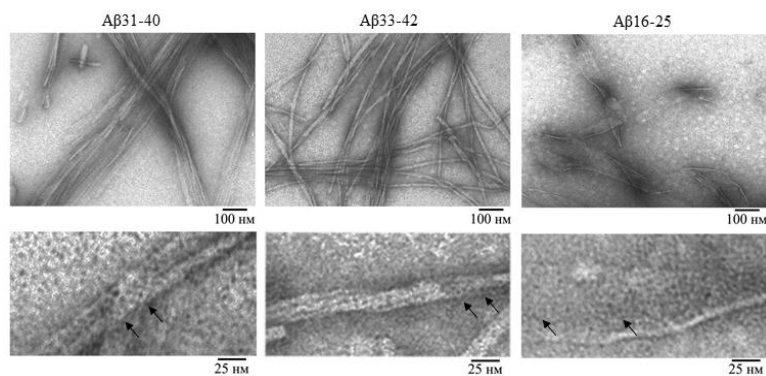


Рисунок 1. ЭМ изображения фрагментов Aβ(1-42) пептида. Верхняя панель – поля фрагментов Aβ(1-42) пептида, нижняя – фрагменты полей с большим увеличением. Стрелками обозначены кольцевые олигомеры.

Изучение механизма формирования амилоидных фибрилл имеет большое прикладное значение, поскольку помогает поиску терапевтических средств, влияющих на развитие нейродегенеративных заболеваний.

1. *F. Chitti, S.M. Dobson. Annu. Rev. Biochem., 2006, 75, 333-366.*
 2. *О.М. Селиванова, В.В. Рогачевский, А.К. Сурин, О.В. Галзитская. 2018, Биомедицинская химия, 64 (1), 94-109.*
 3. *S.O. Garbuzynskiy, M.Y. Lobanov, O.V. Galzitskaya. Bioinformatics, 2010, 26, 326-332.*
 4. *R. Markham, S. Frey, G.J. Hills. 1963, Virology, 20 (1), 88-102.*
- ЭМ исследования были проведены на базе оборудования ЦКП (№507648). Работа поддержана Российским Научным Фондом грант № 14-14-00536.

Маркеры нарушения функции нервной системы у пациентов с болезнью Альцгеймера и прионными заболеваниями: ультраструктурные и наноскопические исследования

¹А.Н. Асташонок, ¹Н.Н. Полещук, ²Т.В. Докукина

¹Государственное учреждение «Республиканский научно-практический центр эпидемиологии и микробиологии» (Минск, Республика Беларусь)

²Государственное учреждение «Республиканский научно-практический центр психического здоровья» (Минск, Республика Беларусь)

Введение. До сих пор многие кардинальные вопросы этиологии и патогенеза нейродегенеративных заболеваний остаются не решенными. Это, в первую очередь, относится к структуре биомаркеров нейродегенерации и их прогностической значимости на додементной (доклинической) стадии [1]. Клиническая картина и данные традиционных методов исследования (нейровизуализации, использование нейропсихологических тестов) зачастую не всегда отражают степень поражения ЦНС и дальнейший прогноз развития заболевания. Это обосновывает потребность в использовании высокоразрешающих методов электронной и атомно-силовой микроскопии для детекции и идентификации патологических белковых компонентов (β -амилоидов, прионного PrP₂₇₋₃₀ белка) с целью дифференциации и установления тяжести течения заболеваний ЦНС в зависимости от конформационной структуры биомаркеров, а также разработки тактики этиопатогенетической терапии.

Материалы и методы. Анализу подвернуты аутопсийные образцы ткани людей (n=4), умерших с патологоанатомически-подтвержденными диагнозами болезнь Альцгеймера и болезнь Крейтцфельда-Якоба. Для детекции прионного PrP₂₇₋₃₀ белка дополнительно исследовали образцы крови 54 пациентов (возраст 61-89 лет) с прогрессирующими нейродегенеративными заболеваниями различного генеза. Выделение β -амилоидов (A β 40, A β 42) из аутопсийного материала осуществляли по методу Rostagno A. и Ghiso J [2]. Индикация белка PrP₂₇₋₃₀ из лимфоцитарной фракции плазмы крови и ткани мозга пациентов с НДЗ проводилась по методу [3]. С целью иммобилизации патологических белков использовали пластины монокристаллического кремния, которые предварительно модифицировали методом микроконтактной печати.

Окрашивание образцов (белка PrP₂₇₋₃₀; β -амилоидов) проводили 1,5% р-ром фосфорновольфрамой кислоты или 2% р-ром уранилацетата в течение 1-2 мин. В качестве подложки для исследования использовали тонкую формаваровую пленку, обработанную дополнительно углеродом. Анализ проводили на электронном микроскопе JEM-1011 (Jeol, Япония) при ускоряющем напряжении 100 кВ и инструментальных увеличениях $\times 120\,000$ - $\times 300\,000$.

АСМ-изображения поверхности образцов получали на воздухе в режиме прерывистого контакта с помощью микроскопа Nanoscope IIIa (Digital Instruments, Santa Barbara, США), оборудованного J-сканером. Были использованы иглы из кремния с резонансной частотой ~ 315 кГц. Обработку изображений проводили с использованием модуля Femtoscan online (версия 2.2.94).

Результаты. На первоначальном этапе с использованием электронной микроскопии исследована организация наноструктур A β 40, A β 42 и PrP₂₇₋₃₀ белка. Показано, что в анализируемых фракциях β -амилоидов выявлялись преимущественно глобулы длиной 70-90 нм и шириной 10-12 нм. Следует отметить, что с обнаруженными глобулами тесно контактировали более мелкие сферические частицы со средними размерами 10-12 нм. Последние, вероятно, соответствовали моно- или димерной формам A β -амилоидов. Более гетерогенные наноразмерные белковые ассоциаты выявлены при анализе фракций прионного PrP₂₇₋₃₀ белка (разведение – 10^1 – 10^{10}). Некоторые из наноструктур имели вид сферических бусинок диаметром 60-80 нм, другие были похожи на бусинки, натянутые на «нить» или стержень размером 100-120 нм. В ряде случаев визуализировались тонкие филаментозные структуры длиной до 400-600 нм. На следующем этапе с использованием АСМ-анализа исследована динамика полимеризации патологических белковых компонентов (A β 40, A β 42), полученных при предобработке ткани мозга или клинического материала (рис. 1).

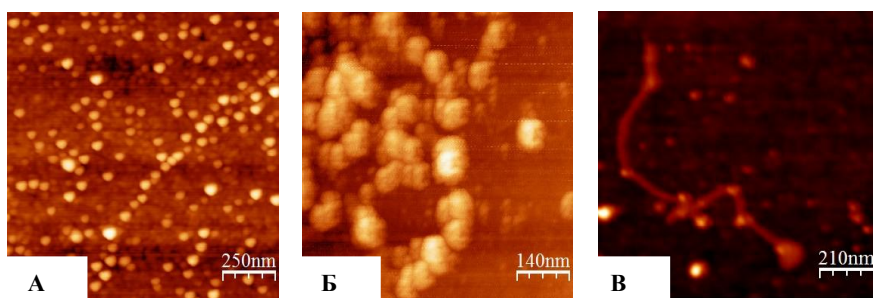


Рис.1. АСМ-изображения структурной организации β -амилоидов А β 40, А β 42 (А) и белка PrP₂₇₋₃₀ (Б-В), выделенного из клинического и аутопсийного материала

Таким образом, полученные результаты вносят вклад в понимание механизмов индукции и регуляции амилоидогенеза, а также могут быть использованы усовершенствования подходов в детекции и идентификации патологических белковых компонентов различного генеза. Необходимы дальнейшие исследования для выяснения детального механизма формирования амилоидных фибрилл, выявления определенных детерминант и факторов, вовлеченных в данный процесс и конформационных структур, обладающих цитотоксичностью.

Список литературы

1. Иллариошкин С.Н., Власенко А.Г., Федотова Е.Ю. // *Анналы клинической и экспериментальной неврологии*. – 2013. – Т. 7. – №. 2. – С. 39-50.
2. Rostagno A., Ghiso J. // *Curr. Protoc. Cell Biol.* – 2009. – Vol.1. – P. 1–31.
3. Асташионок А.Н., Полещук Н.Н., Докукина Т.В. и др. // *Психиатрия, психотерапия и клиническая психология*. – 2015. – № 2. – С. 11–12.

Особенности ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы голого землекопа (*Heterocephalus glaber*)

Л.Е. Бакеева, В.Б. Вайс, И.М. Вангели

Научно-исследовательский институт физико-химической биологии имени А.Н. Белозерского, МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

В настоящее время высказано предположение о том, что долгожительность отдельных видов долгоживущих млекопитающих обусловлена явлением неотении [1, 2]. Под неотенией понимают сохранение юношеских признаков в зрелом возрасте. В связи с этим представляет огромный интерес исследование особенностей ультраструктуры митохондрий тканей голого землекопа. Была исследована ультраструктура митохондриального аппарата особей голого землекопа в возрасте от 6 месяцев до 11 лет. Как известно, в норме митохондриальный аппарат скелетной мышцы млекопитающих представляет собой единую систему митохондриального ретикулума, образованную гигантскими ветвящимися митохондриями.

При исследовании ультраструктуры скелетной мышцы голого землекопа было показано, что в возрасте 6 месяцев митохондриальный аппарат представлен мелкими, одиночными митохондриями, редко расположенными среди миофибрилл (**Рис. 1**). У голого землекопа в возрасте 3 лет мы наблюдали значительное увеличение количества митохондрий, однако это были отдельные, мелкие, не ветвящиеся органеллы. В возрасте 5 лет наблюдали появление огромных скоплений митохондрий в зоне ядра. Кроме того, значительно увеличивалось количество митохондрий, расположенных тяжами вдоль миофибрилл. Однако, образования единой митохондриальной сети также не наблюдали (**Рис. 2**). У 11-то летних животных митохондриальный аппарата скелетной мышцы был мощно развит (**Рис. 3**). Наблюдали значительную пролиферацию митохондрий в субсарколеммальной зоне, а также появление мощных митохондриальных кластеров вдоль миофибрилл. Таким образом, наши исследования показали, что в скелетной мышце землекопа происходит замедление развития митохондриального аппарата и его структура соответствует ультраструктуре митохондриального аппарата млекопитающих в возрасте нескольких недель. Обнаруженная нами сильная задержка развития митохондриальной системы может

рассматриваться как неотеническая характеристика взрослого голого землекопа.

Рис. 1. Ультраструктура скелетной мышцы голого землекопа в возрасте 6 месяцев.



Рис. 2. Ультраструктура скелетной мышцы голого землекопа в возрасте 5 лет.

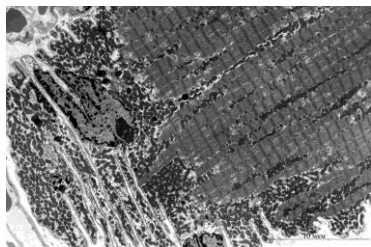
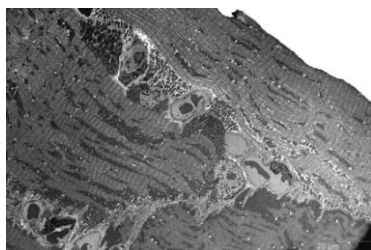


Рис. 3. Ультраструктура скелетной мышцы голого землекопа в возрасте 11 лет.



1. V. P. Skulachev, S. Holtze, M. Y. Vysokikh, et al. *Physiological Reviews* (2017), 97, 2, P. 699–720.

2. В. П. Скулачев, С. Хольце, М. Ю. Высоких и др. *Биохимия*. (2017), Т. 82, № 10, С. 1389–1416.

Особенности ультраструктуры покровов криобиотической пиявки *Ozobranchus jantseanus*. (Annelida; Hirudinea; Rhynchobdellida)

С. В. Кузнецова^{1,3}, Д. Сузуки², В.Г. Евтюгин³, В.В. Сальников³, Р. Корнетт⁴
Т. Кикавада⁴, О. А. Гусев^{1,5}

¹ Институт Фундаментальной Медицины и Биологии, КФУ, Казань, РФ

² Токийский университет морских наук и технологий, Токио, Япония,

³ Междисциплинарный центр аналитической микроскопии, КФУ, Казань, РФ

⁴ Национальный институт агробиологических наук, Цукуба, Япония

⁵ РИКЕН, Йокогама, Япония

Пиявки рода *Ozobranchus* - эктопаразиты черепаха. В отличие от пиявок вида *Ozobranchus margoï* пиявки вида *Ozobranchus jantseanus* выдерживают хранение в жидком азоте (-190°C) в течение суток и долговременное хранение при температуре -80°C без потери жизнеспособности [1].

Были проанализированы изменения в ультраструктуре покровов криобиотической пиявки после хранения при -80°C в течение 30 месяцев. Так же проведено сравнение состояния покровов с покровами пиявки вида *O. margoï* после долговременного хранения при -80°C.

Стенка тела пиявок рода *Ozobranchus* состоит из кутикулы, эпидермиса и мышечного слоя. Кутикула представлена сетью коллагеновых волокон. Внешняя часть кутикулы – эпикутикула, покрыта эпикутикулярными выростами. Эпидермис состоит из одного слоя эпителиальных клеток, плотно прилегающих к кутикуле. Эпителиальные клетки пиявок кубического типа, размер клеток в среднем 4-8 мкм.

Толщина кутикулы пиявки вида *O. jantseanus* уменьшилась в 2 раза после хранения при -80°C. Вероятно, это произошло в результате дегидратации при быстром замораживании. В эпителиальных клетках криобиотической пиявки присутствует пролиферация шЭПР, что свидетельствует о том, что в клетках до и после долговременного хранения при низких температурах идет активный синтез молекулярных продуктов.

В клетках пиявки вида *O. margoï* после воздействия низких температур присутствуют многочисленные аутофагические вакуоли. Присутствие большого количества аутофагических вакуолей, заполненных аморфным материалом, мембранными включениями или органеллами на разных стадиях деградации является индикатором начала гибели клетки.

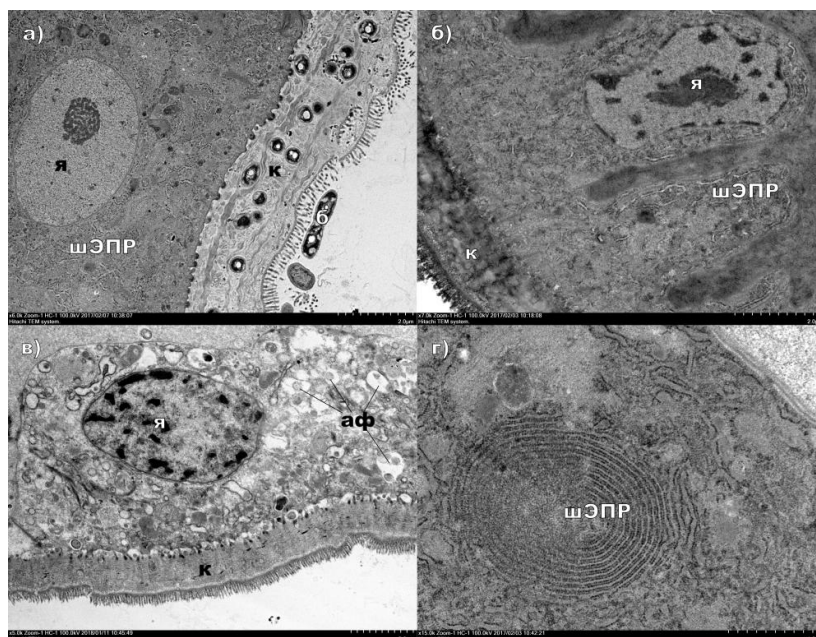


Рис. 1. Изображения ТЭМ Hitachi HT 7700 Exalens) стенки тела: а) пиявка вида *O. jantseanus* без воздействия экстремально низких температур; б) пиявка вида *O. jantseanus* после длительного хранения при -80°C ; в) пиявка вида *O. margoi* после длительного хранения при -80°C ; г) пролиферация шЭПР в клетках пиявки вида *O. jantseanus* после длительного хранения при -80°C (аф – аутофагасомы; б – бактерии; к – кутикула; шЭПР – шероховатый эндоплазматический ретикулум; я - ядро)

Отсутствие аутофагических вакуолей, повреждений мембран и органелл в клетках стенки тела пиявки *O. jantseanus* может быть связано с активным синтезом не выявленных криопротекторов.

Сравнительный анализ ультраструктуры хоботных пиявок и дальнейшее изучение строения криобиотической пиявки позволит выявить уникальные особенности в строении пиявки вида *O. jantseanus* и детально исследовать изменения в ультраструктуре клеток после хранения в криогенных температурах при воздействии или отсутствии криопротекторов.

1. Suzuki D, Miyamoto T, Kikawada T, Watanabe M, Suzuki T. A Leech Capable of Surviving Exposure to Extremely Low Temperatures, PLoS ONE (2014) 9(1): e86807.

30 августа 2018 года

First woven covalent organic framework solved using electron crystallography

Peter. Oleynikov¹

¹ School of Physical Science and Technology, ShanghaiTech University, Shanghai 201210, China

Making fabric by weaving is known as one of the oldest and most enduring methods. Nevertheless, such an important design concept still needs to be emulated in extended chemical structures. Linking molecules into weaving structures would be of a great help to create materials with exceptional mechanical properties and dynamics. For this purpose, a woven covalent organic framework-505 (COF-505) has been synthesized using a designed strategy [1]. However, COF-505 is not well crystallized, which gives rise to a poorly resolved PXRD pattern. Therefore, approaches based on electron crystallography methods have been used. The structure of this COF has been solved by a combination of 3D electron diffraction tomography (3D EDT, [2]), high-resolution TEM imaging and structure modeling.

3D EDT dataset was collected from a single sub-micron crystal in a tilting range of -41.3° to $+69.1^\circ$. The reconstructed 3D reciprocal lattice was identified as a C-centered orthorhombic Bravais lattice with the unit cell parameters of $a = 18.9 \text{ \AA}$, $b = 21.3 \text{ \AA}$, $c = 30.8 \text{ \AA}$, and $V = 12399 \text{ \AA}^3$, which have been used to index reflections observed in both PXRD pattern and Fourier diffractograms of HRTEM images. The derived reflection conditions were summarized as hkl : $h+k = 2n$; $hk0$: $h, k = 2n$; $h0l$: $h = 2n$ and $0kl$: $k = 2n$, leading to five possible space groups (s.g.): $Cm2a$, $Cc2a$, $Cmca$, $Cmma$ and $Ccca$. $Cm2a$, $Cmma$ and $Ccca$ were excluded because their projected plane group symmetries along [1-10] do not coincide with those of the experimental HRTEM images (pgg). Furthermore, by performing Fourier analysis of the HRTEM images and imposing symmetry to the reflections, Cu(I) positions were determined from the reconstructed 3D potential map (Fig. 1). The structure of COF-505 was built in Materials Studio by putting Cu(PDB)_2 units at copper positions and connecting them through biphenyl (reacted BZ) molecules. The chemical composition was determined by the elemental analysis, which indicated that the unit-cell framework is constructed by 8 Cu(PDB)_2 and 16 biphenyl units. However, symmetry operations of the s.g. $Cmca$ require two PDB units connected to one copper onto a mirror plane perpendicular to the a-axis that is not the energetically favorable geometry. The final s.g. determined as $Cc2a$ and was used to build and optimize

a structure model. The PXRD pattern calculated from the model is consistent with the experimental pattern of activated COF-505.

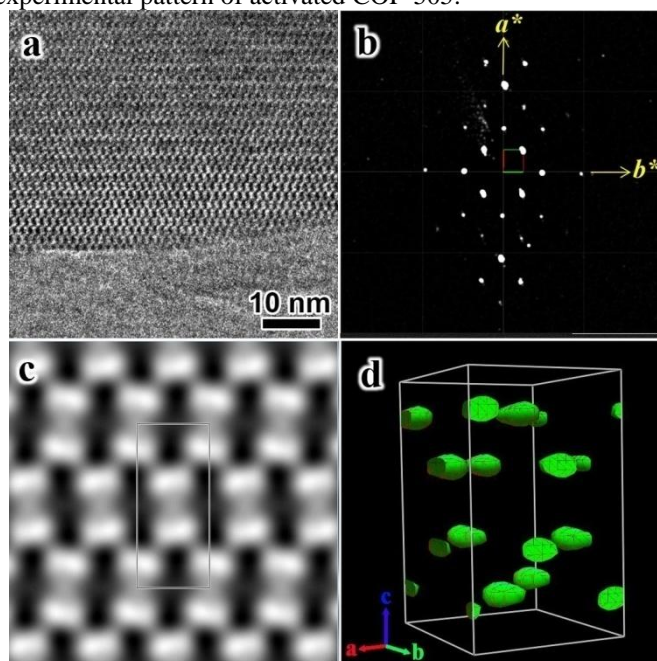


Fig. 1. Electron microscopy studies of COF-505. (a) HRTEM image of COF-505 taken with the [1-10] incidence. (b) 2D reciprocal plane of the reconstructed 3D reciprocal lattice of COF-505 (3D-EDT data). (c) 2D projected potential map obtained by imposing pgg plane symmetry on Fig 1a. (d) Reconstructed 3D electrostatic potential map.

1. Y. Liu, Y. Ma, Y. Zhao, X. Sun, F. Gandara, H. Furukawa, Z. Liu, H. Zhu, C. Zhu, K. Suenaga, P. Oleynikov, A. S. Alshammari, X. Zhang, O. Terasaki, O. M. Yaghi. *Science*, (2016), 351, 365–369.

2. M. Gemmi, P. Oleynikov. *Z. Krist.* (2013), 228, 51–58.

Сканирующая зондовая микроскопия

Совместное использование методов сканирующей силовой микроскопии для определения электрофизических параметров индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок

Н.А. Давлеткильдеев^{1,2}, Д.В. Соколов¹, В.В. Болотов¹, И.А. Лобов¹

¹Омский научный центр СО РАН, 644024, г. Омск, Россия

classicsub-zero@mail.ru

²Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, 644077, Омск, Россия

На основе совместного использования методов электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) и проводящей атомно-силовой микроскопии (ПАСМ) определены электрофизические параметры индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок (УНТ): нелегированных, легированных бором (10 ат.% В), легированных азотом (4 ат.% N), легированных азотом с последующим термическим отжигом в атмосфере аргона при температуре 800°C. Образцами для измерений служили индивидуальные УНТ, осажденные на структуры с золотыми микроэлектродами на подложке SiO₂/Si

С помощью полуконтактной атомно-силовой микроскопии обнаруживались УНТ, лежащие на двух соседних микроэлектродах. На основе измерения методом ПАСМ серии вольт-амперных характеристик, определялось среднее значение продольного электрического сопротивления контакта Au/УНТ/Au. С учетом морфологических параметров УНТ (длина, диаметр) и оценки величины контактного сопротивления рассчитывалась удельная проводимость индивидуальных УНТ (Рис. 1).

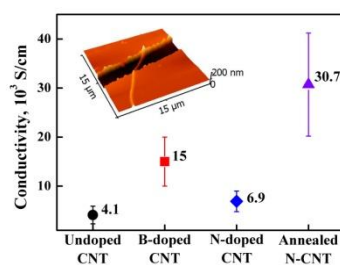


Рис. 1. Среднее значение и разброс удельной электрической проводимости для различных типов индивидуальных УНТ. На вставке АСМ изображение УНТ, лежащей между двумя золотыми микроконтактами.

В зазоре между контактами методом ЭСМ измерялась работа выхода электрона в индивидуальных УНТ [1]. На основе сравнения величин работы выхода в УНТ определялся средний сдвиг уровня Ферми и рассчитывалась концентрация свободных носителей заряда в УНТ (Рис. 2).

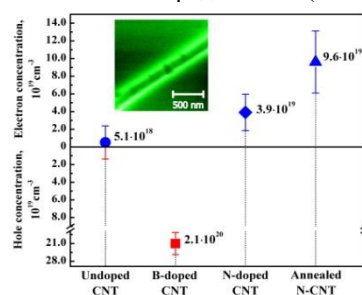


Рис. 2. Концентрация свободных носителей заряда в различных типах индивидуальных УНТ. На вставке ЭСМ изображение УНТ, лежащей на поверхности SiO_2 в зазоре между микроконтактами.

Увеличение на порядок концентрации электронов в легированных азотом УНТ наблюдается за счет дополнительных π -электронов, поставляемых электрически активными атомами азота в стенках УНТ. Проводимость легированных УНТ лишь в два раза превышает проводимость нелегированных УНТ, что свидетельствует о снижении подвижности электронов в результате рассеяния на азотсодержащих дефектах. Более значительное увеличение проводимости и концентрации электронов в термически обработанных легированных УНТ является следствием изменения состава и концентрации азотсодержащих дефектов в стенках УНТ [2].

В УНТ, легированных бором, наблюдается четырехкратный рост проводимости благодаря высокой концентрации дырок, поскольку бор является акцепторной примесью. Существенное отставание роста проводимости УНТ от роста концентрации дырок связано с меньшей величиной подвижности дырок относительно подвижности электронов.

Таким образом, совместное применение методов сканирующей силовой микроскопии позволяет определить электрофизические параметры индивидуальных УНТ и получить дополнительную информацию о электрической природе дефектов в стенках УНТ.

1. N.A. Davletkildiev, D.V. Stetsko, V.V. Bolotov, Yu.A. Stenkin, P. M. Korusenko, S. N. Nesov. Mater. Lett. (2015), 161, 534.

2. K. Fujisawa, T. Tojo, H. Muramatsu, A.L. Elias, S.M. Vega-Díaz, F. Tristán-López. Nanoscale, 2011, 3, 4359-4364.

Изучение морфологии поверхности иджокристаллического сополимера при фазовых переходах методом АСМ

О.В. Синецкина¹, А.Ю. Бобровский², Г.Б. Мешков³, И.В. Яминский^{1,3},
В.П. Шибяев²

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт элементоорганических соединений им. А.Н.Несмеянова Российской академии наук, г. Москва, Россия

² Химический факультет, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, г. Москва, Россия

³ Физический факультет, Московский государственный университет имени И.В.Ломоносова, Москва, Россия

В наших недавних исследованиях [1, 2] мы продемонстрировали эффективность использования метода АСМ для изучения поверхности топологии холестерических жидкокристаллических полимерных пленок при ее трансформации под действием температуры и светового облучения. В настоящей работе метод АСМ применен для изучения изменений морфологии поверхности пленок жидкокристаллического (ЖК) сополимера (Схема 1), образующего несколько типов мезофаз, и сопоставления их структурных особенностей при фазовом переходе.

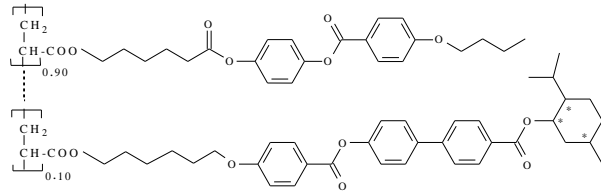


Схема 1. Химическая структура ЖК сополимера [3]. Фазовые переходы по данным ДСК: g 39 SmC* 65 N* 137 I.

По данным спектрофотометрии при охлаждении пленки ЖК сополимера со скоростью 1 °/мин вблизи температуры фазового перехода шаг холестерической спирали составляет 980 нм, и при образовании смектической мезофазы пространственный масштаб периодичности сохраняется. Это подтверждается данными АСМ: на изображениях, полученных при температурах ниже (Рис. 1 а) и выше (Рис. 1 б) фазового перехода, наблюдается периодическая ориентированная структура с шагом 500-1200 нм (минимальный шаг приблизительно равен половине шага холестерической спирали). В смектической мезофазе дополнительно

поверхность разбивается на зерна со средним диаметром 200-400 нм, для которых различается два типа рельефа в виде стержней и ямок (Рис. 1 г-д). В докладе обсуждается влияние режима температурной обработки на особенности формирования рельефа поверхности пленки ЖК сополимера.

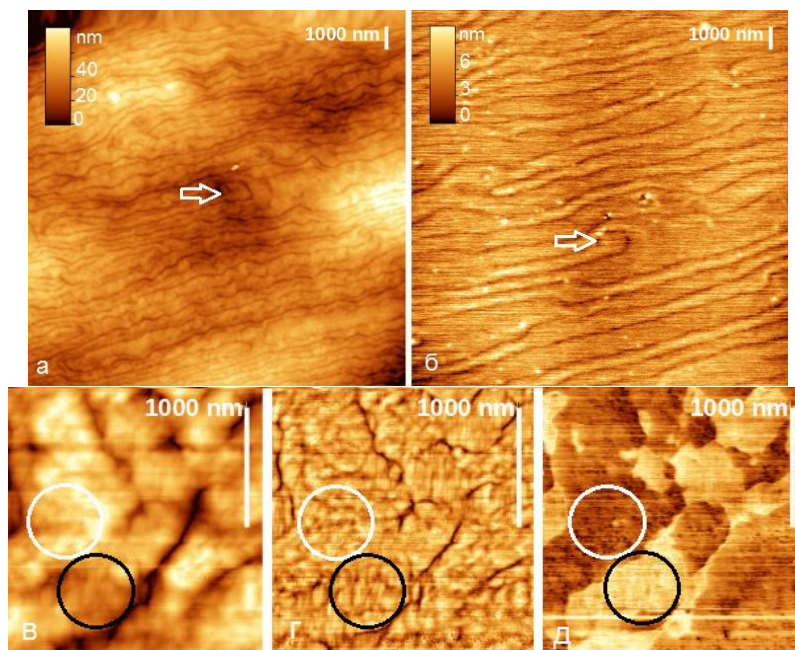


Рис. 1. АСМ-изображения (СЗМ «ФемтоСкан») поверхности пленки ЖК сополимера, полученные при 60 °С (а), 80 °С (б), 40 °С (в-д). На (а) и (б) стрелками указана одна и та же точка поверхности. На (в-д) белым и черным кружками показаны области рельефа в виде ямок и стержней соответственно. (а-в) - топография поверхности, (г) - топография с вычитанием крупного рельефа, (д) – фаза.

Работа О.В. Синицыной, А.Ю. Бобровского, В.П. Шibaева поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (РФФИ № 16-29-05140 офи-м).

1. O.V. Sinitsyna, A.Yu. Bobrovsky, G.B. Meshkov, I.V. Yaminsky, V.P. Shibaev. *J. Phys. Chem. B*, 2015, 119, 12708-12713.

2. O.V. Sinitsyna, A.Yu. Bobrovsky, G.B. Meshkov, I.V. Yaminsky, V.P. Shibaev. *J. Phys. Chem. B*, 2017, 121, 5407-5412.

3. A.Yu. Bobrovsky, N.I. Boiko, V.P. Shibaev. *Liquid Crystals*, 1998, 24, 489-500.

Электронная и ионная литография.

Микроскопия в современных технологиях

Оптимизация электронно-оптических систем электронно-лучевых литографов и растровых электронных микроскопов

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

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

Обычно основными параметрами оптимизации растрового электронного микроскопа служат ток пучка и его диаметр.

Однако, при решении ряда конкретных задач возникает необходимость обеспечить при работе РЭМ или электронного литографа определенное сочетание значений дополнительных параметров. Например, при поиске технологических дефектов интегральных схем и других микроэлектронных структур для повышения производительности просмотр пластины осуществляют не с минимально достижимым, а с некоторым фиксированным диаметром пучка.

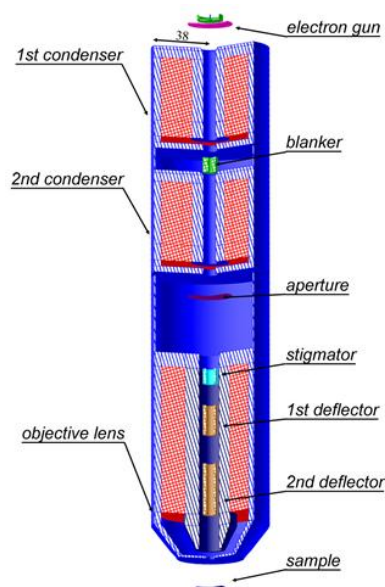


Рис. 1. Сечение трёхмерной расчетной модели ЭОС 50 кВ литографа

При синтезе электронно-оптических систем литографов целью оптимизации режимов работы ЭОС являются повышение производительности литографа при необходимом качестве экспонирования элементов. В этом случае параметрами оптимизации выступают скорость отклонения луча, чувствительность отклоняющей системы при фиксированных диаметре и токе электронного пучка, минимальных искажениях поля сканирования и т.д.

В работе представлены результаты оптимизации ЭОС литографа, работающего при ускоряющем напряжении 50 кэВ и предназначенного для производства масок для оптического сканера с технологической нормой 65 нм. То есть, с учетом четырехкратного уменьшения сканера, ширина элементов шаблона не должна превышать 260 нм.

ЭОС литографа, схема аксиального сечения которой показана на рис. 1, была рассчитана с помощью программы EOD [1]. Оптимизация состояла в поиске оптимального значения рабочего отрезка, обеспечивающего необходимые диаметр пучка, плотность тока и чувствительность отклоняющей системы в сочетании с определением оптимального апертурного угла.

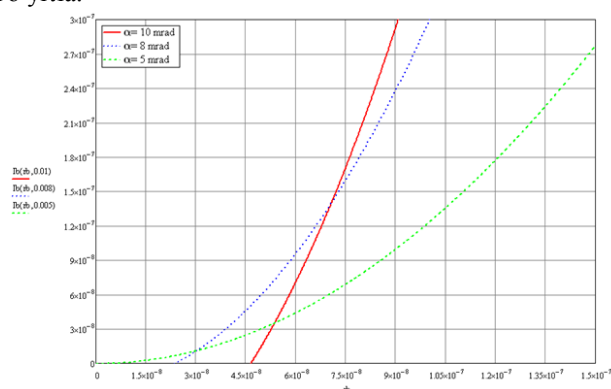


Рис. 2. Соотношение тока пучка (I_b [А]) и его диаметра (αb [м]) при различных значениях апертурного угла для рабочего отрезка 20 мм.

На рис. 2 показаны соотношения тока пучка и его диаметра для апертурных углов 10, 8 и 5 мрад. Исходя из требуемых значений разрешения и производительности системы, можно подобрать необходимый режим работы системы.

1. *B. Lencová, J. Zlámal.* A new program for the design of electron microscopes. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

Литография сфокусированным ионным пучком с использованием усиленного травления неорганических тонких пленок

Ю.В. Петров¹, Е.А. Григорьев¹, Т.В. Шаров¹, А.П. Барабан¹

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

Литография с использованием сфокусированного пучка электронов или ионов - широко применяемая в современной электронике технология. Современные методы литографии предполагают использование в качестве резиста, как правило, органических материалов, таких как, например, полиметилметакрилат [1], однако использование тонких пленок неорганических материалов также возможно [2]. Как было показано ранее, облучение нитрида кремния [3,4] и диоксида кремния [5] ионами гелия приводит к увеличению скорости химического травления облученного материала в растворах плавиковой кислоты. В данной работе обсуждается возможность использования неорганических материалов для создания наноструктур путем локального облучения сфокусированным пучком ионов гелия с последующим химическим травлением.

Исследуемые пленки нитрида и диоксида кремния на кремниевой подложке облучались локально ионами гелия с различными энергиями и дозами с помощью сканирующего ионного гелиевого микроскопа Carl Zeiss Orion, оборудованного системой литографии Nanomaker с энергиями от 15 до 35 кэВ. Травление производилось в водных растворах плавиковой кислоты. Облученные и необлученные структуры после травления исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Carl Zeiss Merlin и атомно-силового микроскопа (АСМ) NT-MDT NTEGRA Prima. Концентрация ионно-индуцированных дефектов рассчитывалась с использованием программного пакета SRIM.

Анализ распределения скорости травления по глубине облучаемого материала позволяет установить связь между концентрацией радиационно-индуцированных дефектов и скоростью травления, а также восстановить картину формирования дефектов. Показано, что облучение ионами гелия приводит к увеличению скорости травления диоксида и нитрида кремния до 5 раз при комнатной температуре. При повышении температуры относительное увеличение скорости травления растёт. Зависимость скорости травления от расчетной концентрации ионно-индуцированных дефектов описывается сигмоидальной кривой. Наблюдаемое в работах [4,5]

насыщение концентрации ионно-индуцированных дефектов может быть объяснено рекомбинацией дефектов, которая имеет место при большой их концентрации. Полученная зависимость скорости травления от расчетной концентрации дефектов позволяет спрогнозировать скорость травления для различных энергий и доз облучения.

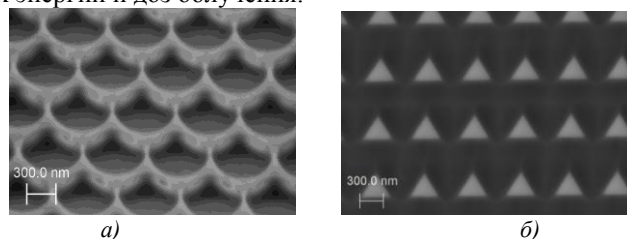


Рис. 1. СЭМ изображения примеров наноструктур из нитрида кремния а) и диоксида кремния б), полученных методом травления, усиленного ионным облучением.

На рисунке 1 приведены примеры структур, полученных методом травления, ускоренного локальным облучением ионами гелия. Предложенный метод позволяет сформировать структуры из неорганических материалов с разрешением до 15 нм, в том числе с управляемой трехмерной геометрией. Преимуществами данного метода являются минимальное количество технологических этапов, удаление травлением материала нарушенного в процессе облучения ионами, а также использование инертного газа. Сравнительно небольшая масса ионов гелия позволяет им проникать на глубину до сотен нанометров, что позволяет получать наноструктуры с соответствующими вертикальными размерами. Таким образом, метод травления усиленного локальным облучением ионами гелия представляется перспективным с точки зрения получения наноструктур из неорганических материалов, в частности из диоксида и нитрида кремния.

Работа выполнена с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ

1. Zh. Zhang. Electron beam lithography, Handbook of Microscopy for Nanotechnology, Springer, 2005, 287-321.
2. J. Stowers, D.A. Keszler. Microelectronic Engineering, 2009, 86, 730-733.
3. Yu.V. Petrov, T.V. Sharov, A.P. Baraban, O.F. Vyvenko. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 2015, 349, 90–95
4. Yu. V. Petrov, T. V. Sharov, and A. P. Baraban. AIP Conf. Proc. 2016, 1748, 030004-1–030004-6
5. Yu.V. Petrov, E.A. Grigoryev, T.V. Sharov, A.P. Baraban. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 2018, 418, 94-100

Методы электронной микроскопии и микроанализа в
исследовании предметов культурного наследия

**СРЕДНЕВЕКОВЫЕ ПИСЬМЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ:
КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИИ, МИКРОАНАЛИЗА И ДРУГИХ
КОМПЛЕМЕНТАРНЫХ МЕТОДОВ.**

Е.А. Созонтов, Н.Н. Колобылина, Э.А. Грешников, С.Н. Малахов,
Е.Б. Яцишина

*Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
пл. Академика Курчатова, 1, Москва, 123098, Россия*

В настоящее время происходит понимание и все более широкое использование самых разных естественнонаучных методов для исследования различных историко-археологических объектов, включая письменные памятники культуры [1, 2], что дает не только комплементарный, но и кумулятивный эффект, обеспечивая возможность нового прочтения страниц истории. Следует отметить, что методы растровой и просвечивающей электронной микроскопии, а также методы энергодисперсионного рентгеновского микроанализа широко используются при изучении объектов культурного наследия фактически с начала коммерческих продаж электронных микроскопов [3].

Данное исследование направлено на развитие и применение комплекса естественнонаучных методов: растровой электронной микроскопии, микроанализа и других комплементарных методов (рентгенофлуоресцентного элементного анализа и малоуглового рентгеновского рассеяния на Курчатовском синхротронном источнике, а также метода ИК-спектроскопии на оборудовании Курчатовского ресурсного центра) для изучения средневековых письменных памятников Восточной Европы и Руси посредством выявления скрытого информационного потенциала и расширения объективно ограниченной источниковой базы. Цель данной работы состояла в изучении элементного состава предполагаемых чернил и бересты как основы для письма, а также диагностика степени деградации средневековых пергаменов (Рис.1). Развитие метода цифровой визуализации фрагментов угасшего текста, на пергамене и бересте также входило в задачу работы.

Объектами исследования были фрагменты средневековых пергаменных рукописей из коллекции Государственного исторического музея и Новгородская берестяная грамота XIV века из раскопок Института археологии РАН в 2016 г. Работа выполнялась в рамках Соглашения о научном

сотрудничестве между НИЦ «Курчатовский институт» и Государственным историческим музеем, а также Соглашения о научном сотрудничестве между НИЦ «Курчатовский институт» и Институтом археологии РАН.

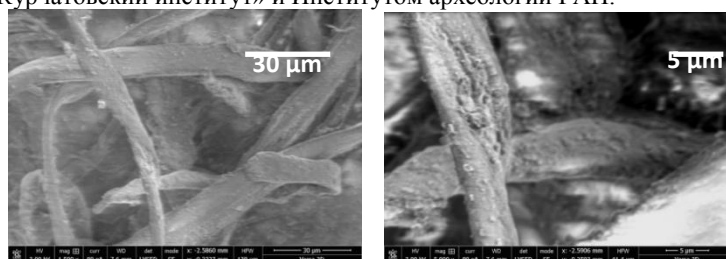


Рис. 1. Изображения РЭМ (Versa 3D, FEI, США) коллагеновых волокон на поверхности средневекового пергамента: проба «Синод греческий. Минологий» XI в., Византия.

В результате проведенных исследований:

- (1) определен химический элементный состав и проведено элементное картирование участков поверхности новгородской берестяной грамоты XIV века. Визуализированы отдельные нечитаемые буквы текста. Высказаны предположения о способе и природе формирования красящего пигмента букв на берестяной грамоте.
- (2) Получены экспериментальные данные о процессе желатинизации коллагена и, как следствие, деградации коллагеновой структуры в некоторых образцах пергаменных рукописей, что является важным для мониторинга состояния объекта в целом, а также для совершенствования процессов реставрации, консервации и хранения пергаменных рукописей.
- (3) Экспериментально продемонстрирована возможность цифрового изображения фрагментов рукописного текста на пергамене, включая угасшие фрагменты текста, используя технику рентгенофлуоресцентного анализа. На основе анализа спектров рентгеновского флуоресцентного излучения определен элементный состав средневекового пергамента и чернил красного цвета, в качестве которых, наиболее вероятно, использовался свинцовый сурик (*minium*).

1. Материалы совещания-семинара «Естественнонаучные методы в гуманитарных науках (под редакцией М.В. Ковальчука и др.)», Москва, 13 марта 2015 г., НИЦ «Курчатовский институт». –М., 2015. 104с.

2. L. Bertrand, P. Dillmann, I. Reiche. J. Anal. At. Spectrometry, 2015, 30, 540–541.

3. A.L. Vasiliev, M.V. Kovalchuk, E.B. Yatsishina. Crystallography Reports, 2016, 61, 873-885.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ, проект № 17-29-04476. и частичной финансовой поддержке НИЦ «Курчатовский институт».

Применение электронной микроскопии при исследовании произведений искусства.

И.Ф. Кадикова¹, С.А. Писарева¹, Е.А. Морозова^{1,2}

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1.

² Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект, 31.

Изучение техники живописи, экспертиза и атрибуция, а также реставрация памятников искусства на сегодняшний день невозможны без применения современных физико-химических методов анализа. Поскольку в круг задач исследователя входит изучение предметов искусства самых разных направлений, таких как масляная, темперная и настенная живопись, скульптура, рукописи, изделия из металла, ткани, стекло и многое другое, то перед ним встает необходимость работать с различными материалами и решать разнообразные аналитические задачи. Сложности исследования также связаны с небольшим размером образцов, которые исследователи могут получить с уникального памятника, и, зачастую, многокомпонентным смешанным составом художественных материалов.

Одним из важнейших аналитических инструментов при исследовании материалов произведений искусства является электронная микроскопия. Так, с помощью электронного микроскопа, оснащенного энергодисперсионным спектрометром (EDS), системой анализа картин дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) и катодолюминесцентной приставкой можно решить достаточно широкий круг важных задач: установить элементный состав вещества, исследовать его морфологические особенности, измерить размеры отдельных частиц, проанализировать распределение фаз, изучить структуру кристаллических включений.

В данном докладе представлены различные примеры использования метода электронной микроскопии при изучении материалов произведений искусства, начиная с памятников средневековья и заканчивая объектами второй половины XX века.

Например, при исследовании уникальной рукописи 1294 г. "Кодекс Бардевика" ("Городское право Любека") из собрания Историко-художественного музея города Юрьевца электронная микроскопия позволила установить пигментный состав красочных слоев и, в том числе, идентифицировать зеленый пигмент атакамит, который крайне редко

использовался художниками. Исследование этого пигмента методами EBSD и рентгенофазового анализа не дало никаких результатов, что позволяет предположить искусственное происхождение этого пигмента.

Однако стоит отметить, что, при исследовании материалов произведений искусства, для которых характерны многокомпонентные смеси из органических и неорганических соединений, необходимо использовать комплекс методов, в том числе поляризационную микроскопию, ИК- и КР-микроспектроскопию, хромато-масс-спектрометрию, рентгенофазовый и микрохимический анализ, которые взаимодополняют друг друга и помогают правильно интерпретировать результаты.

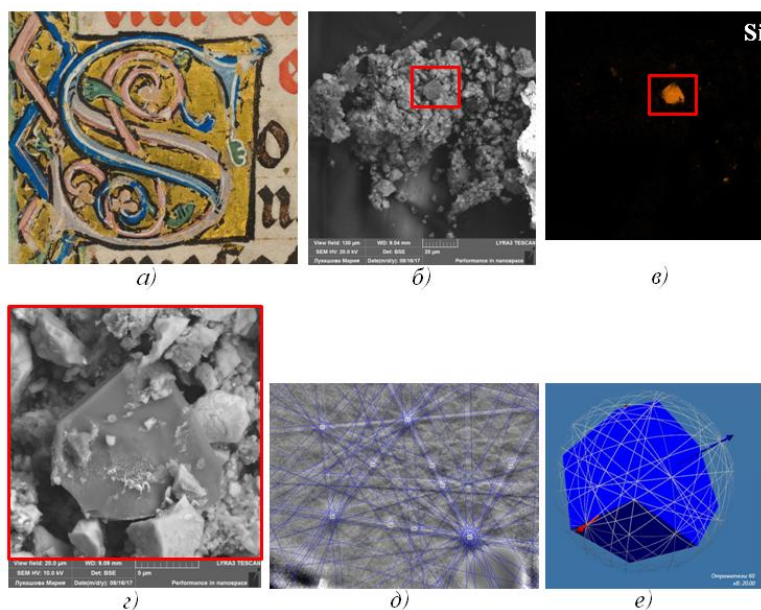


Рис. 1. Исследование зеленого красочного слоя в рукописи 1294 г. "Кодекс Бардевика" из собрания Историко-художественного музея города Юрьевца: а) инициал "S", первый лист рукописи; б) РЭМ-изображение образца зеленого цвета; в) распределение Si по площади образца; г) РЭМ-изображение исследуемого кристалла; д) картина линий Кикучи исследуемого кристалла и эталона SiO_2 (синий); е) тригональный SiO_2 . [Грант РНФ № 16-18-10366].

Работа поддержана грантом РФФИ 18-312-00145 мол_а.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

Секция 1.

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

Разработка и применение программного модуля для определения ориентации кристаллитов в ГПУ-материалах

Е.В. Алексеева¹, Е.А. Кулешова^{1,2}, А.С. Фролов¹, Д.В. Сафонов¹

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, г. Москва, Россия

В ходе проведения исследований с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) одним из важных аспектов является определение кристаллографической ориентации рассматриваемого кристалла. Для материалов с гексагональной кристаллической решеткой эта задача особенно актуальна, поскольку многие эффекты в микроструктуре таких сплавов характеризуются анизотропией. Так, в материалах системы Zr-Nb под облучением формируются дислокационные петли, залегающие в определенных плоскостях [1], а также могут образовываться вторые фазы, формирующие периодические структуры, ориентированные вдоль определенных плоскостей матрицы [2]. Наблюдение таких элементов возможно лишь при определенной кристаллографической ориентации кристалла. Поэтому важной задачей становится точное определение углов наклона гониометра для поворота кристалла из текущей кристаллографической ориентации в заданную, необходимую для наблюдения интересующих объектов.

В НИЦ «Курчатовский институт» разработан программный модуль, позволяющий решать эту задачу. Для его работы необходимо задание параметров рассматриваемого кристалла, в том числе координат атомов в элементарной ячейке, и задание желаемой и текущей ориентации кристалла. Определение текущей ориентации кристаллита обычно проводят вручную путем индирования дифракционной картины, полученной от участка образца, содержащего рассматриваемый кристаллит. Для ускорения процесса индирования в НИЦ «Курчатовский институт» разработан программный пакет «DiffraCalc» [3]. Совместное использование программы «DiffraCalc» и программного модуля для определения ориентации кристаллитов для ГПУ-материалов позволяет по экспериментальной дифракционной картине определить текущую кристаллографическую ориентацию кристаллита и получить необходимые углы наклона гониометра просвечивающего микроскопа для поворота кристаллита в требуемую ориентацию.

Разработанный в данной работе программный модуль был использован при проведении фазового анализа образцов оболочек твэлов из сплава Э110 после эксплуатации в составе ВВЭР-1000. Было установлено, что в процессе нейтронного облучения происходит эволюция структурно-фазовых составляющих: образуются дислокационные петли <a>-типа [1], изменяются размеры, плотности и состав выделений, присутствующих в данном материале до облучения [4], а также образуются новые фазы, в том числе мелкодисперсные включения игольчатой формы на основе ниобия.

Расшифровка дифракционных картин полученных Фурье-преобразованием [5] электронно-микроскопических изображений на прямом атомном разрешении (HRTEM), показала, что большая часть выделений имеют ГПУ-решетку с параметрами $a=5,0 \text{ \AA}$ и $c=3,1 \text{ \AA}$, однако, для более крупных фаз данного типа наиболее характерна ОЦК-решетка с параметром $a=3,44 \text{ \AA}$. С использованием разработанного модуля было установлено, что выделения мелкодисперсной фазы выстроены вдоль базисных плоскостей ГПУ-решетки циркония (см. рис. 1).

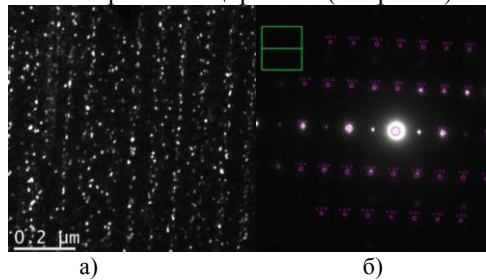


Рис. 1. Темнопольное ПЭМ-изображение рядов выделений мелкодисперсной фазы в облученном сплаве Э110 - (а), Дифракционная картина от матрицы сплава Э110 (б).

Использование программного модуля совместно с программным комплексом «DiffraCalc» позволило эффективно определять углы наклона гониометра микроскопа. Это необходимо для задания ориентации матрицы, соответствующей наилучшим условиям наблюдения периодической структуры мелкодисперсных выделений.

Работа выполнена в рамках гранта Президента РФ № МК-4420.2018.8

1. V.V. Novikov et al., J. Nucl. Sci. Technol., 2006, 43, 9, 991–997.
2. Kobilyanskiy G.P. et al., VANT, 2009, 5, 57–68.
3. A.C. Фролов и др., Кристаллография, 2017, 62, 5, 844–850.
4. E.A. Kuleshova, A.S. Frolov, et al., KnEMaterialScience, 2017, 3,3.
5. D.B. Williams, C.B. Carter, Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science. New York: Springer. 2009, 760 p.

Оценка нагрева поверхности однородной металлической мишени электронным зондом

А.Н. Амрастанов¹, Е.В. Серегина², М.А. Степович¹

¹ Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, 248023, Калуга

² Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Калужский филиал, ул. Баженова, д. 2, 248000, Калуга

При облучении образца сфокусированным электронным пучком в месте его падения на мишень выделяется значительная энергия, что может привести к повышению локальной температуры [1-3] и, как следствие, возможной необходимости учёта этого явления при проведении количественных исследований. Экспериментальное определение температуры нагрева сильно осложнено малым размером области генерации тепла, вследствие чего получаемые результаты имеют невысокую точность и могут рассматриваться как качественные. Поэтому особую ценность на практике приобретают расчётные оценки величины нагрева электронным зондом, основанные на решении уравнения теплопроводности [3-4], однако при решении этого уравнения часто используют существенные упрощения, что может привести к значительному разбросу результатов.

Ранее [3-7] методами математического моделирования нами проведены расчёты нагрева полупроводниковых мишеней под электронным зондом. В данной работе объектами исследований являются металлы. При этом, как и ранее, в качестве функции генерации источника тепла используется модель, основанная на возможности раздельного количественного описания вклада энергии поглощённых в мишени и обратно рассеянных электронов [8, 9]. Эта модель может быть успешно использована для проведения количественных расчетов для широкого класса материалов (практически от Al по Pt) в широком диапазоне энергий первичных электронов.

Рассмотренная математическая модель нагрева поверхности металла предназначена для расчёта распределения тепла в условиях, близких к вакууму, при любых энергиях электронного пучка и различных значениях коэффициента теплопроводности металлической мишени. Уравнение теплопереноса решено с использованием функции Грина, обсуждены вопросы, связанные с вычислительной устойчивостью решения.

В качестве примера использования рассмотренной математической модели на рис. 1 приведено рассчитанное распределение нагрева медной мишени по глубине. Здесь $\Delta T(x, y, z) = T(x, y, z) - T_0$ – искомый нагрев мишени при

воздействии электронного зонда, T – температура образца в точке (x, y, z) после установления стационарного режима под воздействием электронного пучка, T_0 – температура образца до воздействия электронного пучка. На рис. 1 представлены результаты расчётов для энергии электронов 20 кэВ при токе зонда 10^{-7} А и $y = 0$. Оси x и y находятся на плоской поверхности мишени (при $z = 0$), ось z направлена вглубь мишени.

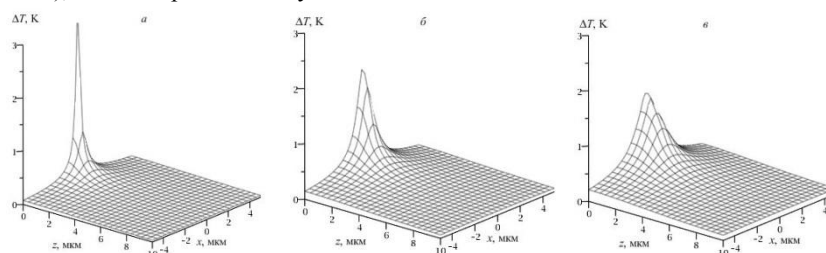


Рис 1. Рассчитанное распределение температуры $\Delta T(x, y = 0, z)$ в медной мишени. Энергия электронов пучка 10 (а), 20 (б) и 30 (в) кэВ, ток зонда 10^{-7} А.

Для лёгких металлических мишеней рассчитанные значения температуры по сравнению с медной мишенью оказались немного ниже – примерно на пару градусов, а для тяжёлых мишеней – примерно в два раза выше.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-03-00515).

1. М.Н. Филиппов. Изв. РАН. Сер. Физ., 1993, 8, 163-166.
2. А.Ю. Кузин, М.А. Степович, В.Б. Митюхляев, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов. Измерительная техника, 2016, 10, 27-29.
3. А.Н. Амрастанов, С.А. Гинзгеймер, М.А. Степович, М.Н. Филиппов. Изв. РАН. Сер. физ., 2016, 80, 1448-1452.
4. А.Н. Амрастанов, А.Ю. Кузин, В.Б. Митюхляев, Е.В. Серегина, М.А. Степович, П.А. Тодуа, М.Н. Филиппов. Измерительная техника, 2017, 6, 13-15.
5. А.Н. Амрастанов, Е.В. Серегина, М.А. Степович, М.Н. Филиппов. Прикладные задачи математики: Матер. XXV междунардн. науч.-технич. конф., Севастополь, 18-22 сентября 2017 г., с. 126-131.
6. М.А. Степович, Е.В. Серегина, А.Н. Амрастанов. Сб. матер. XXVIII Крымской осенней математ. школы-симп. по спектр. и эволюц. задачам (КРОМШ-2017), секции 5-9, Симферополь, 17-29 сентября 2017 г., с. 56-58.
7. А.Н. Амрастанов, М.А. Степович, М.Н. Филиппов. Научн. труды Калужского гос. ун-та им. К.Э. Циолковского. Естествен. науки, Калуга, 2017, с. 57-62.
8. Н.Н. Михеев, В.И. Петров, М.А. Степович. Изв. АН СССР. Сер. физ., 1991, 55, 1474-1482.
9. Н.Н. Михеев, М.А. Степович. Зав. лаб. Диагностика матер., 1996, 62, 20-25.

Использование методов и средств лазерной нанометрии в прикладных технологиях: неразрушающий контроль и техническая диагностика (НКТД)

А.В. Васильева¹, С.А. Дарзбек,¹ Ж.Е. Желкобаев¹, М.А. Фурдилова¹, Р.Х. Царбаев¹.

¹. АО «НИЦПВ» (НПО «СВАРОГ»), Москва
zhelkobaev@mail.ru

Доклад посвящен использованию методов и средств нанометрии, для обеспечения необходимого метрологического уровня, в процессе калибровки/поверки преобразователей акустической эмиссии (ПАЭ) применяемых для детектирования акустико - эмиссионных сигналов, порождаемых дефектами внутри исследуемого объекта или в отдельных его элементах[1-2].

В работе рассмотрены особенности использования лазерного интерферометра-фазометра при проведении такого рода работ и вопросы использования методов оптической/лазерной фазометрии для **Неразрушающего контроля**(НК) и **Технической диагностики** (ТД)[1-2].

В докладе приведены результаты работ по измерению амплитуды ультразвукового смещения колебательной скорости частиц поверхности твердого тела и коэффициента электроакустического преобразования в широком диапазоне частот 0.001÷1.0 МГц

ЛИТЕРАТУРА:

1. Дарзбек С. А., Желкобаев Ж, Календин В.В., Новиков Ю. А. / Лазерный интерферометрический измеритель наноперемещений. Труды ИОФАН, 2006 г., т. 62, с. 14-35
2. Ж. Желкобаев, В. Иванов, Ю. Новиков, П. Тодуа/ НАНОМЕТРОЛОГИЯ НА СЛУЖБЕ промышленной и экологической безопасности. НАНОИНДУСТРИЯ 6/2009 с.34-38

Новый подход к вопросу о нормировке интенсивности рассеяния электронов на аморфных образцах

Васин О.И., Правдюк В.П., Кулаков А.А.

Военная академия связи (филиал, г. Краснодар)

Авилов А.С., Кулыгин А.К.

[1] ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 117342, Москва, ул. Бутлерова, 17а

Для изучения структуры аморфных веществ и жидкостей обычно применяют Фурье-преобразование дифракционных интенсивностей излучения [1], что позволяет рассчитать функцию радиального распределения (ФРР) атомной плотности, из которой определяют радиусы координационных сфер и координационные числа. Метод ФРР используют так же для определения параметров ближнего порядка и анализа тепловых колебаний атомов в поликристаллах [2].

Основное уравнение, по которому рассчитывается ФРР одноатомных веществ, согласно [1] имеет следующий вид:

$$4\pi r^2 \rho(r) = 4\pi r^2 \rho_0 + \frac{2r}{\pi} \int_{s_1}^{s_2} si(s) \exp(-bs^2) \sin sr \, ds.$$

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 – атомный вес; $s = 4\pi(\sin \varphi)/\lambda$, где 2φ – угол рассеяния, λ – длина волны излучения, $i(s)$ – интерференционная функция, $\exp(-bs^2)$ – температурный множитель, b – фактор Дебая-Валлера.

Авторы [3], используя закон сохранения интенсивности, предложили наиболее физически обоснованный метод определения ненормированной интерференционной функции $i_1(s)$ из выражения

$$i(s) = \alpha_0 \left[\frac{I_{\text{э}}(s)}{f^2(s)} - \frac{I_{\text{с}}(s)}{f^2(s)} \right] = \alpha_0 i_1(s) \quad (1)$$

где: $i(s)$ – нормированная интерференционная функция; α_0 – коэффициент нормировки; $I_{\text{с}}(s)$ – средняя плавная кривая, вокруг которой осциллирует функция $I_{\text{э}}(s)$; $f(s)$ – амплитуда атомного рассеяния. Одной из основных причин плохого согласия координационных чисел, полученных разными авторами для одного и того же вещества, несмотря на то что положения

максимумов на кривых ФРР хорошо совпадают, является отсутствие надёжного способа нормировки интенсивности в методе ФРР.

Нами предложен способ нормировки интерференционной функции, который пригоден для любых веществ при дифракции излучения разной природы.

Используется уравнение (1): угловая зависимость интенсивности делится на квадрат функции атомного рассеяния исследуемого вещества (или на сумму квадратов, в соответствии с химическим составом). Результат можно записать в виде ненормированной функции интенсивности $I_I(s)$:

$$I_I(s) = I_{\Sigma}(s) / f^2(s) = i(s) / \alpha_0 + J_C(s) \quad (2)$$

где: $I_{\Sigma}(s)$ – экспериментальная кривая интенсивности; $f^2(s)$ – квадрат функции атомного рассеяния рассчитывался из табличных данных, $i(s)$ – интерференционная функция; α_0 – коэффициент нормировки; $J_C(s)$ – ненормированная средняя плавная кривая вокруг которой осциллирует функция $i(s) / \alpha_0 = I_I(s) - J_C(s)$.

Функцией $J_C(s)$ можно описать все виды рассеяния, не связанные с межатомной интерференцией в исследуемом веществе. Функция $J_C(s)$ вычисляется теоретически при условии отсутствия осцилляций.

Из уравнения (2) следует, что нормированная интерференционная функция имеет вид: $i(s) = \alpha_0 [I_{\Sigma}(s) / f^2(s) - J_C(s)]$

При некотором $\alpha = \alpha_0$ кривые ФРР, рассчитанные по основному уравнению, должны давать одинаковые координационные числа при различных, но малых значениях b .

Физически это означает, что структура стабильна в некотором температурном интервале, поскольку параметром b фактически задаётся приращение среднеквадратичного смещения атомов, а множителем $\exp(-bS^2)$ в (1) учитывается влияние изменения температуры на $I_{\Sigma}(s)$ и ФРР. Верхняя граница параметра b , зависит от характера тепловых колебаний атомов, температуры исследуемого образца (T) и определяется областью температурной стабильности вещества.

Работа нового метода продемонстрирована на примере аморфных пленок германия и сурьмы с помощью электронографа ЭМР-100

Литература

1. Скрышевский, А.Ф. Структурный анализ жидкостей и аморфных тел. - М.: Высшая школа, 1980. – С. 328.
2. Morimoto H.J. // Phys. Soc. Japan, - 1958, v. 13, p. 1015.
3. Набитович, И.Д. / И.Д. Набитович, Я.И. Стецев, Я.В. Волошук // Кристаллография. – 1967. - Т. 12. – С. 584.

Использование преобразования Фурье при анализе изображений доменной структуры кристаллов семейства триглицинсульфата

В.С. Глухов

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

Программное обеспечение атомно-силового микроскопа позволяет получать на экране монитора изображение трансформанты Фурье сканируемой поверхности. В основном его используют для цифровой обработки изображений с целью исключения влияния различного рода шумов [1,2] и определения параметров периодических структур, например, кристаллической поверхности. В атомно-силовой микроскопии (АСМ) возможны и другие применения, например, для количественного анализа пространственных параметров (направление и индекс направления текстуры, радиальная длина волны и индекс радиальной длины волны) для оценки анизотропии поверхности в нанометровом диапазоне размеров [3]. В [4] преобразование Фурье было использовано для обработки фазовых изображений, полученных методом микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО). В данной работе представлены результаты изучения доменной структуры кристаллов триглицинсульфата (TGS), послонно легированных различными примесями (Сг и *D,L-α*- и *L-α*-аланина) методом МПО. Приведены конкретные примеры обработки изображений мелкодоменных и квазипериодических поляризованных структур. Измерены характерные радиальные углы периодических составляющих в спектре Фурье, соотнесены с осями сканов и кристаллографическими направлениями изучаемого образца. Показано, что по спектру можно проследить за особенностями доменной структуры, связанными с периодичностью повторения элементов, преобладающими направлениями и мелкими деталями изображения.

1. Группа компаний НТ-МДТ: АСМ-зонды, сканирующие зондовые микроскопы [Электронный ресурс] / NT-MDT Co., Zelenograd, Moscow, Russia – Режим доступа: www.ntmdt.ru

2. Гонсалес Р., Вудс Р. Цифровая обработка изображений. М. Техносфера. 1070 с.

3. Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. Определение пространственных параметров поверхности материалов по данным измерений трансформант Фурье в атомно-силовой микроскопии. // Микроэлектроника. 2000. Т.29. № 6. С. 453-457.

4. Толстихина А.Л., Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. Использование трансформант Фурье для анализа изображений доменной структуры одноосного сегнетоэлектрика. // Кристаллография. 2017. Т.62. №3. С.478-483.

Определение ОС и плоскостей сопряжения γ -силицидов с матрицей на основе твердого раствора Nb методами просвечивающей электронной микроскопии

А.В. Заводов¹, Д.В. Зайцев¹, Светлов И.Л.¹, Кузьмина Н.А.¹

¹ *Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов ФГУП «ВИАМ» ГНЦ, 105005, Россия, Москва, ул. Радио, д. 17*

Методами просвечивающей электронной микроскопии были установлены ориентационные соотношения (ОС) между кристаллическими решётками твердого раствора Nb и частиц γ -силицидов Nb₅Si₃. В сплаве было обнаружено два типа силицидов, а именно первичные, образующиеся по эвтектидной реакции, и вторичные, более мелкие, образующиеся в следствии снижения растворимости кремния в твердом растворе Nb. Все исследованные силициды, обладают примитивной гексагональной решёткой типа R₆/mcs параметрами $a \approx 7,56 \text{ \AA}$ и $c \approx 5,21 \text{ \AA}$, а твердый раствор Nb имеет ОЦК кристаллическую решётку с параметром $a \approx 3,26 \text{ \AA}$ (согласно данным РСА). Оба типа силицидов выделяются в матрице согласно одним общим ориентационным соотношениям:

$$\{110\}_{\text{Nb}} // \{100\}_{\gamma}; \langle 111 \rangle_{\text{Nb}} // \langle 001 \rangle_{\gamma}.$$

В разных частицах силицидов Nb₅Si₃ реализуются несколько эквивалентных вариантов ОС, например: $(10\bar{1})_{\text{Nb}} // (100)_{\gamma}$; $[111]_{\text{Nb}} // [001]_{\gamma}$ для первичного силицида и $(110)_{\text{Nb}} // (100)_{\gamma}$; $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}] // [001]_{\gamma}$ для частиц вторичного силицида.

Для подтверждения правильности ОС и сравнения с экспериментальными картинками электронной дифракции были применены методы математического моделирования, позволяющие строить совмещённые электронограммы от нескольких фаз, осуществлять наклон виртуальной модели, аналогичный наклону реального образца. Результаты моделирования в точности повторяют разделение рефлексов дальних порядков от матрицы и фазы (рисунок 1 а).

Для определения плоскостей сопряжения фазы и матрицы были получены снимки высокого разрешения межфазной границы в двух перпендикулярных проекциях, а именно в ориентациях Nb-матрицы $\langle 111 \rangle$ (рисунок 1 б) и $\langle 112 \rangle$. Вычислено, что плоскостями сопряжения являются плоскости двух типов: $\{110\}_{\text{Nb}} // \{100\}_{\gamma}$ и $\{111\}_{\text{Nb}} // \{001\}_{\gamma}$. Плоскости первого типа образуют между собой ступеньки под углом 120° , что наблюдается на изображениях высокого разрешения. Плоскости второго

типа $\{111\}_{Nb} // \{001\}_{\gamma}$ образуют ступеньки под углом в 90° с плоскостями типа $\{110\}_{Nb} // \{100\}_{\gamma}$.

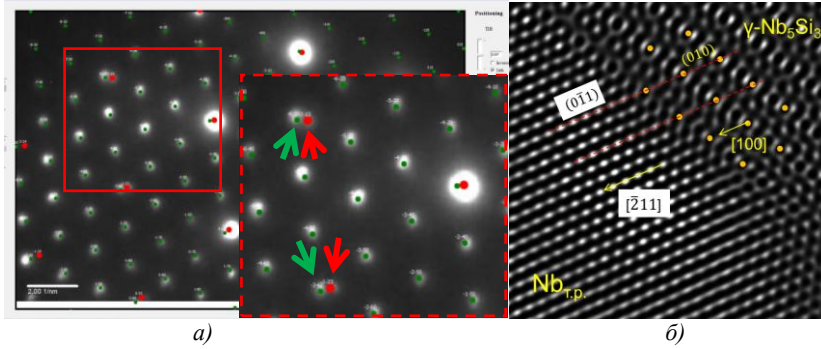


Рис. 1. а) наложение расчётной электронограммы от Nb-матрицы и γ -силицида на экспериментально полученную; б) изображение высокого разрешения межфазной границы матрица/силицид.

Исходя из экспериментальных наблюдений, построена модель межфазной границы в двух сечениях и предложен механизм ветвления границы объёмной частицы. На основе подсчёта дислокаций несоответствия вычислено размерное несоответствие между кристаллическими решётками матрицы и γ -силицида по формуле:

$$\Delta_{Nb/\gamma} = 2 \cdot \frac{n_{Nb} - n_{\gamma}}{n_{Nb} + n_{\gamma}} \cdot 100\% ,$$

где n_{Nb} и n_{γ} – количество плоскостей типа (110) твердого раствора Nb и плоскостей (030) силицида соответственно между двумя ядрами дислокаций несоответствия. Результаты расчётов несоответствия по изображениям высокого разрешения хорошо сходятся с расчётами по результатам PCA и составляют в среднем 4 % для плоскостей Nb и (010) $_{\gamma}$.

1. N. Sekido, F.G. Kimura, S. Miura, Y. Mishima Orientation relationship between Nb and Nb_5Si_3 ($D8_1$) phases in the eutectoid lamellar microstructure // Philosophical Magazine Letters, 2009, 86, 89-98.

2. G.M. Cheng, Y.X. Tian, L.L. He Orientation relationship and interfacial structure between Nb solid solution precipitates and Nb_5Si_3 intermetallics // Journal of Materials Research, 2009, 24

3. G. Cheng, Y. Tian, L. He, J. Guo S.A. Orientation relationship and interfacial structure between α - Nb_5Si_3 and Nb solid solution in eutectic lamellar structure // Philosophical Magazine, 2009, 89, 2801-2812

Арсенид галлиевые матричные сенсоры для электронной микроскопии

А.Н. Зарубин, И.И. Колесникова, А.Д. Лозинская, Т.А. Михайлов, В.А. Новиков, О.П. Толбанов, А.В. Тяжев, А.В. Шемерянкина, И.Д. Щербаков, П.С. Щербаков

Лаборатория функциональной электроники Томского государственного университета

В работе представлен обзор результатов исследований сенсоров ионизирующего излучения на основе арсенида галлия, компенсированного хромом (HR GaAs). Показано, что использование HR GaAs сенсоров в качестве чувствительных элементов современных систем визуализации в ионизирующем излучении позволяет существенно улучшить технические характеристики в части быстродействия, отношения сигнал/шум, радиационной стойкости, энергетического и пространственного разрешения.

Экспериментально показано, что средняя величина удельного сопротивления HR GaAs составляет 10^9 Ом×см, что близко к теоретическому пределу [1, 2]. Исследования распределения напряженности электрического поля показали отсутствие «мертвого» слоя в чувствительном объеме сенсоров [2, 4].

Установлено, что HR GaAs характеризуется сбором преимущественно электронной компоненты заряда. При этом величина $(\mu \times \tau)_n$ для электронов достигает значений 10^{-4} см²/В, а для дырок $(\mu \times \tau)_p$ около 10^{-6} см²/В [1, 4, 5]. Показано, что использование эффекта «малого пиксела» позволяет получать энергетическое разрешение около 2-3 кэВ на линии 60 кэВ в диапазоне температур от 7°С до комнатной [4, 5]. Исследование сборов HR GaAs матричных сенсоров со специализированными бескорпусными микросхемами (ASIC) Medipix3RX показало, что в режиме суммирования заряда удается значительно подавить эффект разделения заряда и достичь энергетического разрешения, приемлемого для гиперспектральных систем [5, 6]. Исследования температурной зависимости показали, что величина эффективности сбора заряда остается стабильной в диапазоне температур от -20°С до +20°С [4].

Исследование пространственного разрешения HR GaAs матричных сенсоров с шагом пикселей 55 мкм проводилось с использованием ASIC Timerix и Medipix3RX. Показано, что пространственное разрешение сенсоров составляет около 8 пар линий/мм и определяется шагом пикселей. [4, 6, 7]. На исходных (raw X-ray images) изображениях наблюдается ячеистая структура, обусловленная дислокационной сеткой, возникающей во время выращивания кристаллов n-GaAs. Однако, временная стабильность распределения

электрического поля, позволяет использовать flat field correction, что значительно улучшает качество изображений [7, 8].

Исследования радиационной стойкости HR GaAs сенсоров проводились с использованием синхротронного рентгеновского излучения [9]. Было установлено, что радиационная стойкость сенсоров к воздействию рентгеновского излучения с энергией 12 кэВ не менее 1МГр. Исследования сборок HR GaAs матричных сенсоров и Timepix ASIC показали, что скорость счета 16 кэВ квантов достигает значений $1 \times 10^9 \text{ с}^{-1} \text{ мм}^{-2}$ [4, 10]. Отмечается, что при экспозиции сенсоров в течение 10 часов отсутствовали эффекты, связанные с появлением или радиационными повреждениями [10].

В настоящее время технология HR GaAs сенсоров позволяет изготавливать матричные и микрополосковые сенсоры на пластинах диаметром 50 - 100 мм с толщиной от 300 до 1000 мкм и размерностью от 256×256 до 512×512 при шаге пикселей 55 мкм.

1. D.L. Budnitsky et al. "GaAs Pixel Detectors". *MRS Online Proceedings Library*, 1576, (2013) mrs13-1576-ww 08-01 doi:10.1557/opl.2013.1144.

2. O.P. Tolbanov et al., Investigation of the current-voltage characteristics, the electric field distribution and the charge collection efficiency in X-ray sensors based on chromium compensated gallium arsenide, *Hard X-Ray, Gamma-Ray, and Neutron Detector Physics XVI; San Diego; United States; 18 August 2014 through 20 August 2014; Code 110755 Proceeding of SPIE, Volume 9213, 2014, Article number 92130G*

3. A.V. Tyazhev, D.L. Budnitsky, O.B. Koretskay, V.A. Novikov; L.S. Okaevich, A. I. Potapov, O.P. Tolbanov, A.P. Vorobiev. GaAs radiation imaging detectors with an active layer thickness up to 1 mm. // *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*. 2003. V. A 509. P34 -39.

4. E. Hamann. Characterization of high resistivity GaAs as sensor material for photon counting semiconductor pixel detectors, *PhD Thesis, URN: urn:nbn:de:bsz:25-opus-93550*

5. M. Veale et al., Chromium compensated gallium arsenide detectors for X-ray and γ -ray spectroscopic imaging, *Nucl. Instr. And Meth. A* 752 pp. 6 (2014)

6. E. Hamann et al., Performance of a Medipix3RX spectroscopic pixel detector with a high resistivity gallium arsenide sensor, *IEEE Transactions on Medical Imaging, Volume 34, Issue 3, 2015, Article number 6797893, Pages 707-715*

7. E. Hamann, A. Cecilia, A. Zwerger, T. Baumbach, M. Fiederl. Characterization of photon counting pixel detectors based on semi-insulating GaAs sensor material // *Journal of Physics: Conference Series*, 2013, V.425, PART 6, publ. 062015

8. D. Pennicard, et al., The LAMBDA photon-counting pixel detector and high-Z sensor development, *Journal of Instrumentation, Volume 9, Issue 12, 1 December 2014, Article number C12026*

9. M. Veale et al., Investigating the suitability of GaAs:Cr material for high flux X-ray imaging, *Journal of Instrumentation, Volume 9, Issue 12, 1 December 2014, Article number C12047*

10. E. Hamann et al., Investigation of GaAs:Cr Timepix assemblies under high flux irradiation, *JINST 10 C01047 doi:10.1088/1748-0221/10/01/C01047(2015)*

Анализ характеристик тракта регистрации сигналов РЭМ по видеоизображениям

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

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
РАН, г. Черногловка, Московская обл., Россия*

Анализ частотных, динамических и шумовых характеристик тракта регистрации сигналов особенно важен для измерительных РЭМ, сочетающих высокие производительность и пространственное разрешение.

Однако, непосредственное измерение характеристик весьма затруднительно и, к тому же, требует использования сложного измерительного оборудования: осциллографов с полосой пропускания 400 МГц и т.д.

В докладе предлагается достаточно простой метод анализа по видеоизображениям РЭМ, полученным при заданных экспериментальных условиях.

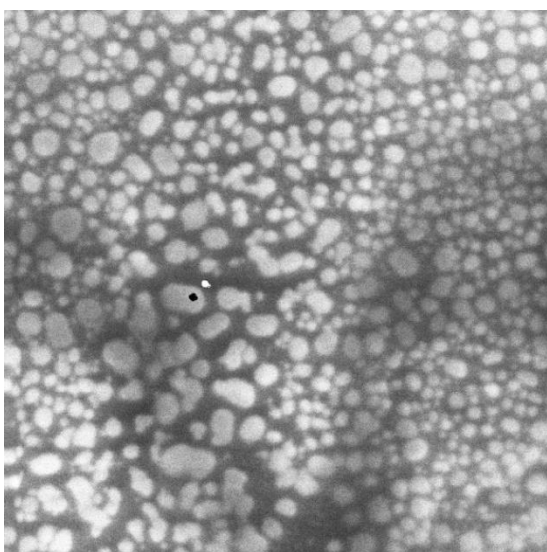


Рис1. Изображение тест объекта. Точками обозначены места для анализа

На рис. 1 представлено изображение тестового объекта (частицы золота на углероде), полученное на низковольтном высокопроизводительном РЭМ, при следующих экспериментальных условиях:

ускоряющее напряжение	3 кВ
ток пучка	0,8 нА
длительность пикселя	5 нсек
число первичных электронов на 1 пиксель	25
формат изображения	8192 x 8192 пикселей
электронное увеличение	220 000
поле сканирования	750 нм
размер пикселя	0,09 нм
частота АЦП	400 МГц

При выполнении работы использовалась собственная программа обработки изображений (автор- И.Г. Курганов), хотя, в принципе, возможно использование других аналогичных программ, позволяющих обрабатывать изображения большого формата.

Для анализа были выбраны участки размером около 3 нм, расположенные на частице и на подложке (помечены кружками).

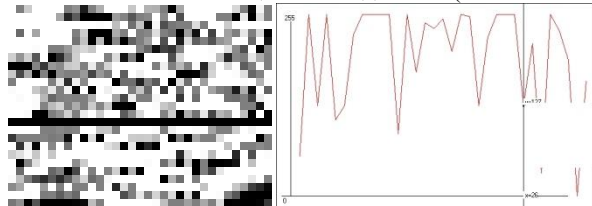


Рис2. Изображение и сигналограмма от участка на частице золота.

Поскольку анализируемые участки примерно равны диаметру пучка, можно считать, что все флуктуации сигнала обусловлены шумами пучка и вторичной эмиссией электронов, а не изменением свойств объекта на этом участке.

Наличие изменений уровня сигнала между соседними пикселями свидетельствует о том, что полоса пропускания всего тракта регистрации сигнала, включая сцинтиллятор, ФЭУ, предусилитель и АЦП составляет не менее 200 МГц.

Путем обработки сигналограмм можно так же определить вклад тракта регистрации в отношении сигнал/шум, коэффициент сбора электронов детектором и другие характеристики.

Расчет электронно-оптической системы РЭМ с LaB_6 катодом

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

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

В докладе представлена электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с термоэмиссионным LaB_6 катодом. Схематичное изображение системы и ход лучей в ней показаны на рис. 1.

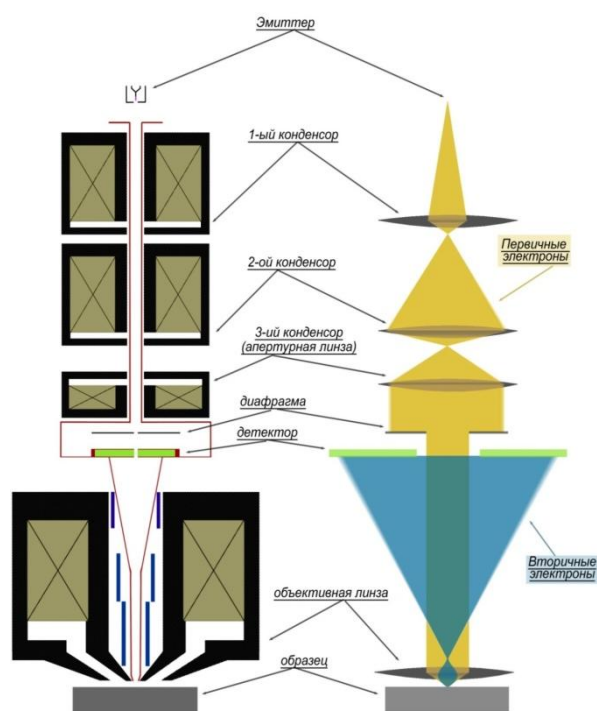


Рис. 1. Схематичное изображение ЭОС разработанного РЭМ - слева; формирование первичного пучка и регистрация вторичных электронов - справа.

ЭОС содержит бустер, представляющий собой трубчатый электрод, находящийся под высоким положительным потенциалом относительно земли (нулевого потенциала) и расположенный между анодом электронной пушки и зазором полюсных наконечников объективной линзы. Принцип работы бустера заключается в следующем. Электроны, вылетающие с катода, ускоряются до своей максимальной энергии в промежутке катод – анод. Анод при этом является частью бустера – его началом. Бустер по всей своей длине имеет одинаковый потенциал 8 кВ. Таким образом, внутри бустера энергия электронов не изменяется. Поскольку остальные элементы РЭМ, за исключением электродов электронной пушки, находятся под нулевым потенциалом, то между бустером и образцом образуется тормозящее электростатическое поле. При выходе из бустера первичные электроны замедляются до значений, определяемых разностью потенциалов между катодом и образцом. Таким образом, энергия пучка может быть снижена до единиц эВ. Высокая энергия электронов почти по всей длине ЭОС существенно снижает чувствительность пучка к наводкам и паразитным электромагнитным полям. Кроме того, снижается влияние электростатического расталкивания электронов пучка, которое ведет к уширению пятна на образце.

Предложенная конструкция ЭОС с бустером обеспечивает снижение коэффициентов сферической и хроматической аберраций формирующей линзы пропорционально коэффициенту замедления, т.е. отношению энергии первичных электронов к энергии электронов на образце. Ввиду того, что образец находится одновременно в магнитном и электростатическом полях, появляется возможность направить траектории вторичных электронов и обратно рассеянных электронов в сторону детектора и, таким образом, добиться повышения эффективности детектирования сигнала.

В работе проведен расчет всех электронно-оптических элементов РЭМ – электронной пушки, конденсорных линз, объективной линзы, электростатической линзы с бустером, отклоняющих систем, стигматора. Рассмотрены режимы работы формирующей системы (бустер-конденсор-объектив-образец) микроскопа.

Температурная зависимость теплового структурного фактора металлов в модели гладкого нелокального модельного потенциала

Крисько О.В.¹ Скоробогатова Т.В.²

¹*Московский Университет им. С.Ю. Витте, Москва, Россия*

²*Московский государственный технический университет гражданской авиации, Москва, Россия*

Теория псевдопотенциалов успешно используется для расчета физических свойств металлов. В течение последних десятилетий были предложены различные модельные псевдопотенциалы, которые использовались для расчета физических свойств металлов, как в твердом, так и в жидком состоянии [1]. Недостатком используемых потенциалов является отсутствие изменения параметров потенциала при изменении атомного объема. Изменение атомного объема с изменением температуры известно для многих металлов. Учет зависимости объема от температуры можно использовать для моделирования физических свойств металлов в зависимости от температуры. Гладкий нелокальный модельный потенциал (ГНМП), предложенный в наших работах, позволяет учесть эту зависимость параметров потенциала. Свойство гладкости ГНМП позволяет исключить нефизические осцилляции парного потенциала взаимодействия атомов металлов. Зависимость параметров от атомного объема позволяет моделировать физические свойства металлов в зависимости от температуры (при известном изменении атомного объема металла от температуры).

Тепловой структурный фактор, характеризующий рассеяние излучений на тепловых колебаниях атомов кристаллов можно моделировать на основе известных потенциалов рассеяния атомов или формфакторов потенциалов металлов. Тепловой структурный фактор – один из объектов, теоретический расчет которого в зависимости от вектора рассеяния позволяет моделировать тепловое диффузное рассеяние различных излучений на температурных колебаниях атомов кристаллической решетки металла [2]. На практике значительный интерес представляют тепловые структурные факторы рассеяния на поликристаллических образцах металлов.

В работе предлагается методика моделирование теплового структурного фактора рассеяния на поликристаллах металлов при различных температурах, рассчитанного с помощью частот колебаний

атомов в ГЦК и ОЦК решетках металлов в модели ГНМП. Для монокристалла тепловой структурный фактор можно представить в виде [3]:

$$S(\mathbf{q}, T) = \frac{1}{m_A \beta} \sum_s \frac{|\mathbf{e}_{\mathbf{q},s} \cdot \mathbf{q}|^2}{(e^{\beta \omega_s(\mathbf{q})} - 1)(1 - e^{-\beta \omega_s(\mathbf{q})})}, \quad (1)$$

$\beta = k_b T$, k_b - постоянная Больцмана, T - температура, $\omega_s(\mathbf{q})$ - нормальные частоты колебаний атомов металла соответствующие вектору фонона \mathbf{q} , s - индекс поляризации частоты $\omega_s(\mathbf{q})$, $\mathbf{e}_{\mathbf{q},s}$ - собственный вектор соответствующий собственной частоте $\omega_s(\mathbf{q})$ колебаний атомов металла. Тепловой структурный фактор для поликристалла получается при усреднении (1) по всем возможным ориентациям вектора \mathbf{q} .

$$S(q, T) = \frac{1}{4\pi} \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} d\gamma \int_0^{2\pi} S(\mathbf{q}, T) d\phi,$$

ϕ, γ - углы сферической системы координат.

В работе показано, что тепловой структурный фактор значительно меняется при изменении температуры. Был проведен расчет температурной зависимости удельного сопротивления натрия. Показано, что использование ГНМП дает значения сопротивления близкие к экспериментальным данным, что говорит о перспективности использования ГНМП при моделировании температурной зависимости теплового структурного фактора.

Литература

1. *О.В. Крисько, Т.В. Скоробогатова.* Модельные псевдопотенциалы в теории физики металлов: монография / Московский университет имени С.Ю. Витте. - М.: изд. ЧОУВО «МУ им. С.Ю. Витте», 2018. - 190 с.
2. *В.М. Силонов, И.А. Балакирев, А.Ю. Гениев.* Расчет интенсивности теплового диффузного рассеяния в поликристаллических ОЦК и ГЦК металлах по Борну с использованием модельных потенциалов / Вестник Московского университета, Серия 3. Физика. Астрономия. 2003, 5, 44-47.
3. *S.N. Khanna, Ashok Jain.* Depatmens Culculation on electrical resistivity thermoelectric power of nonsimple metals./ J.Phys. F: Metal. Phys., 1977, 12, 2523 - 2530.

Новые подходы к прецизионным измерениям электронограмм

А.К. Кулыгин, А.С. Авилов, В. Новикова, К.В. Кулыгин, Г.Г. Лепешов

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 117342, Москва, ул. Бутлерова, 17а

Электронная дифрактометрия (ЭД) – один из основных методов получения экспериментальной информации о структуре и свойствах кристаллов.

Точность получаемых данных, а в ряде случаев достоверность и информативность этих данных в качественном отношении зависят от точности экспериментальных данных. Расчёты по данным низкой точности приводят к качественным несоответствиям и внутренней противоречивости модели. Напротив, существенное повышение точности позволяет получить принципиально новую информацию об изучаемой структуре.

ЭД – метод, достаточно сложный в экспериментальной реализации. Он связан с работой с высокими напряжениями и в то же время измерениями предельно малых токов, электронной оптикой, сканирующей системой отклонения, вакуумным оборудованием. Всё это (как по отдельности, так и в комплексе) является источником экспериментальных погрешностей и потенциальным резервом для повышения точности измерений.

Работа по выявлению, изучению, систематизации источников погрешностей и поиску путей их уменьшения более 20 лет проводится в Секторе электронной дифрактометрии ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Основой разработанной методики является сбор многоканальной телеметрии дифрактометра: регистрация токов в отклоняющих катушках (отклонения по X и Y), событий срабатывания ФЭУ и дополнительных параметров (ток утечки с цилиндра Венельта и др.) с высокой частотой дискретизации (1-10 МГц). Информация целиком сохраняется на диске компьютера и затем анализируется офф-лайн с помощью специально разработанных для этого программ. (Объём записи одной электронограммы может составлять более 1 Тб, время обработки – несколько суток.)

В первом приближении такая система позволяет выявить недостатки работы отдельных элементов дифрактометра и по возможности устранить их. В связи с этим реально доступен только альтернативный вариант – длительное телеметрическое наблюдение за работой дифрактометра, многократное (>10-15 раз) повторение измерений, выявление в полученной записи благоприятных периодов времени с наибольшей стабильностью.

Измерение электронограммы осуществляется путём сканирования – последовательного отклонения на различные углы с помощью отклоняющих катушек перед неподвижным детектором (ФЭУ). Основным источником

информации являются данные прецизионного измерения токов в отклоняющих катушках с высокой частотой дискретизации. Эти данные содержат не только информацию о задаваемых углах отклонения электронного луча, но и о различных процессах в приборе, сопровождающихся электромагнитными наводками в катушках, которые фактически используются не только по своему назначению (отклонение), но и как детекторы электромагнитных помех, позволяющие сделать выводы о работе дифрактометра.

Установить источники и физические причины таких помех не всегда возможно. Но это и не обязательно – достаточно выявлять такие события и статистически соотносить их с погрешностью получаемых результатов.

Обработка результатов измерений прежде всего сводится к кластеризации зарегистрированных токов в отклоняющих катушках по сетке (X, Y) с заданным шагом. Для каждого момента времени определяется квадрат (пиксел) в координатах (X, Y) , где находился отклоняемый электронный луч, и достоверность этого события. Периоды времени с низкой достоверностью исключаются из обработки. Низкая достоверность определяется высокой скоростью изменения координат (X, Y) , т. е. низкой статистической достоверностью их фиксации на какой-то момент времени. Также недостоверными признаются ситуации соответствия поведения (X, Y) заранее известным шаблонам (недостоверность установлена из предшествующего опыта).

После «отсева» «плохих» данных для каждого пиксела (X, Y) подсчитывается общее количество периодов дискретизации, соответствующее этому пикселу, и количество периодов, в которых наблюдались события срабатывания ФЭУ. Интенсивность в данном пикселе = отношению этих величин.

Остаётся проблема медленно «плавающих» со временем параметров (в частности, интенсивности электронного луча) и в связи с этим достоверности получаемых результатов. Экспериментально выяснено, что в работе дифрактометра чередуются периоды нестабильной и стабильной работы. Типичный результат: среди 10-15 измеренных одномерных электронограмм поликристаллического типа присутствуют 2-3, «накладывающиеся» друг на друга с погрешностью менее 1% в каждой точке. Их можно признать «точными» в связи с крайне малой вероятностью точного воспроизведения нестабильных процессов в дифрактометре 2 или даже 3 раза. Дополнительно достоверность результатов подтверждается симметрией электронограмм относительно центра. В результате усреднения погрешностей на уровне 1% в каждой точке итоговые погрешности интенсивностей (интегралов) отдельных рефлексов составляют менее 0,1%.

Эффективность работы данного метода апробирована на поликристаллических образцах BaF₂ и LaF₃, представленных на конференции.

Моделирование электростатической объективной линзы растрового электронного микроскопа

И.Г. Курганов

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

В докладе рассмотрены три варианта электростатической линзы для растрового электронного микроскопа. Первый вариант – электростатическая линза, предложенная Цахом [1] (рис.1). На её основе была получена линза – второй вариант (описанная в [2]) (рис.2). И третий вариант – это трёхэлектродная модификация линзы [2]. Рассчитаны электронно-оптические характеристики всех линз и их коэффициенты aberrаций. Рассмотрены aberrации отклонения для каждой из линз при одинаковых способах отклонения электронного пучка и расположения отклоняющих систем.

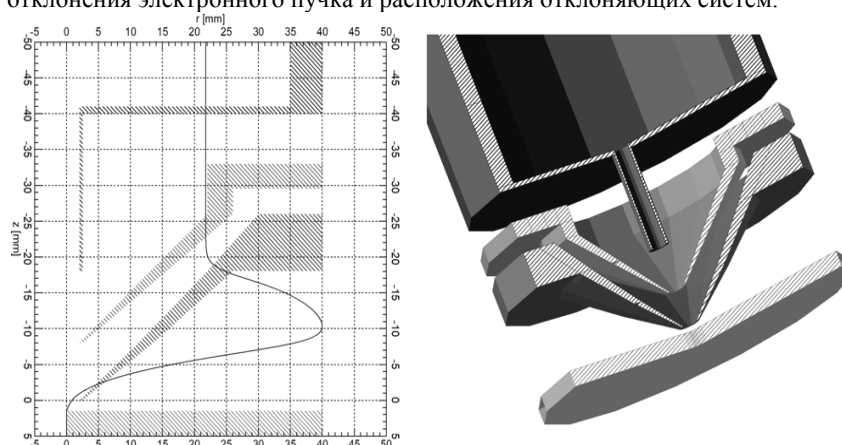


Рис. 1. Схематичный разрез линзы [1] с изображением распределения потенциала вдоль оси (слева) и трёхмерное изображение электродов (справа)

Проведено сравнение характеристик рассчитанных линз. Расчеты всех электронно-оптических элементов были проведены в программе EOD [3]. Линза, показанная на рис.3 проще по конструкции и управлению по сравнению с линзой [2], однако, очевидно, не может обеспечить изофокусирующий режим работы. Но при этом также может быть использована в качестве объектива миниатюрного растрового электронного микроскопа.

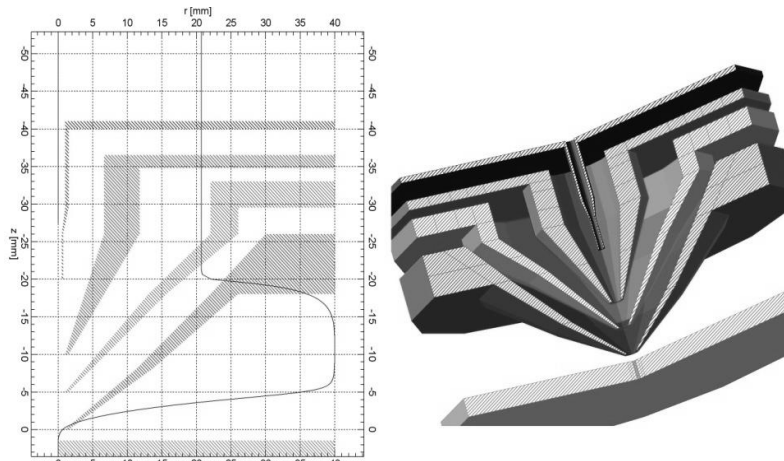


Рис. 2. Схематичный разрез линзы [2] с изображением распределения потенциала вдоль оси (слева) и трёхмерное изображение электродов (справа)

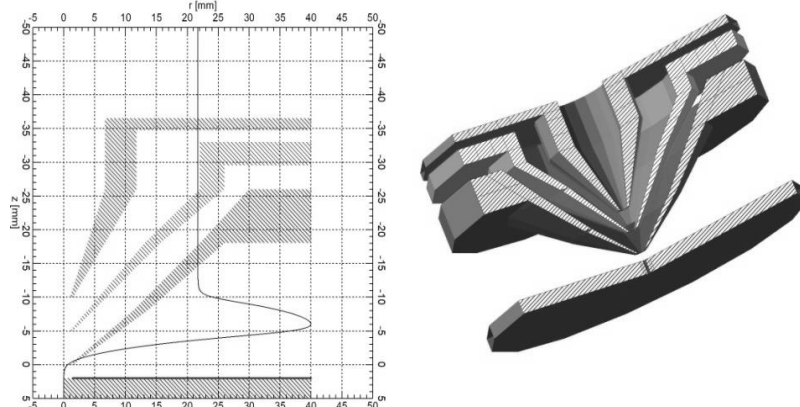


Рис. 3. Схематичный разрез линзы с изображением распределения потенциала вдоль оси (слева) и трёхмерное изображение электродов (справа)

1. J. Zach. Resolution limits in low voltage scanning electron microscopes using retarding objective lenses. // J. Nucl. Inst. Meth. A. – 1990, 298, p. 255-259.
2. И.Г. Курганов. Электростатическая объективная линза для растрового электронного микроскопа. XXVI РКЭМ 2016, с.322
3. B. Lencová, J. Zlámal. A new program for the design of electron microscopes. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

ДИФРАКЦИЯ ЭЛЕКТРОНОВ ОТ НАНОПЛЕНОК, ИСКРИВЛЕННЫХ ВОКРУГ СЛУЧАЙНЫХ ОСЕЙ

М.Г. Кязумов, Л.В. Рустамова

*Институт Физики НАН Азербайджана, Аз -1143, г. Баку, пр. Г. Джавида 33,
Азербайджан*

Развитие нанотехнологии актуализировало изучение фазовых составов и структур нанопленок и наночастиц, как с искусственно закономерными вращениями, разработанными новыми методами, так и естественными вращениями, т.е. искривленных вокруг случайных осей.

Развал СССР нанес большой ущерб мировой электронографии. Ведь только на электронографе, двигая в двух перпендикулярных направлениях, наклоняя и вращая вокруг на разных осях тонкую монокристаллическую пленку, наночастицу и др., можно было в закономерно расположенном виде собрать (регистрировать) узлы от любой части обратной решетки и, в результате, очень легко определить все параметры элементарной ячейки[1].

Расстояния обратной решетки (ОР), проходящие через его центр, регистрируются на Плоскости Эвальда(ПЭ) своими истинными длинами, а расстояния, не проходящие через центр ОР, регистрируются на ПЭ измененными длинами, т.е. длинами различных проекций. Самое короткое расстояние $B_{hk} / L \lambda$ ($h, k = \text{const.}$), соединяющее центр ОР с точкой отдельного узлового ряда hk ($h, k = \text{const.}$, l -меняется) (в зависимости от симметрии ОР эта точка может не совпадать с его узлом), является общим катетом треугольников. Другие неизменные расстояния, соединяющие центры ОР с узлами этого узлового ряда, являются гипотенузами треугольников $R_{hkl} / L \lambda$ ($h, k = \text{const.}$, l -меняется). Для определения других катетов $D_{hkl} / L \lambda$ ($h, k = \text{const.}$, l -меняется) этих треугольников, т.е. определения истинных значений измененных расстояний, применяется формула Пифагора.

В случае вращения МП гексагонального кристалла вокруг любых осей, в интервале углов $(-\varphi, \varphi)$ получают узловые кривые hk ($h, k = \text{const.}$, l -меняется), вершины которых не соответствуют R_{hko} . Но измеряя минимальные расстояния на каждой кривой, т.е. R_{hko} ($h, k = \text{const.}$), можно установить рефлексы $hk0$ ($h, k = \text{const.}$). R_{hko} ($h, k = \text{const.}$) является общим

катетом треугольников, соответствующим в масштабе $1/L\lambda$ отдельному узловому ряду hk ($h, k = \text{const.}$, l - меняется) в ОР, а расстояния $R_{hk\ l} / L\lambda$ ($h, k = \text{const.}$, l - меняется) – гипотенузами этих треугольников. Зная R_{hk0} и R_{hkl} , можно легко определить все параметры кристаллической решетки. Поэтому, электронограммы, приведенные в работе [2] можно было легко расшифровывать приведенными ниже формулами.

$$d_{100} = (3/4)^{1/2} a = 2L\lambda h / 2R_{h00}, \quad D_{hk\ l} = (R_{hkl}^2 - R_{hk0}^2)^{1/2},$$

$$\Delta D = c * L\lambda = (D_{hkl} - D_{hk(l-1)}), \quad d_{001} = c = 1/c^* = L\lambda / \Delta D.$$

На **рис.1** показана электронограмма от искривленных нанопленок CdInGaS_4 . Ось вращения составляет с осью $h00$ незначительный угол повернутый вокруг оси перпендикулярной к оси $h00$. Измеряя R_{120} и R_{12l} , легко определяются параметры кристаллической решетки: $a = 3,868\text{Å}$, $c = 3R = 37,021\text{Å}$ и пр. гр. $R\bar{3}m$, где $R_{120} = \sqrt{7} R_{100}$

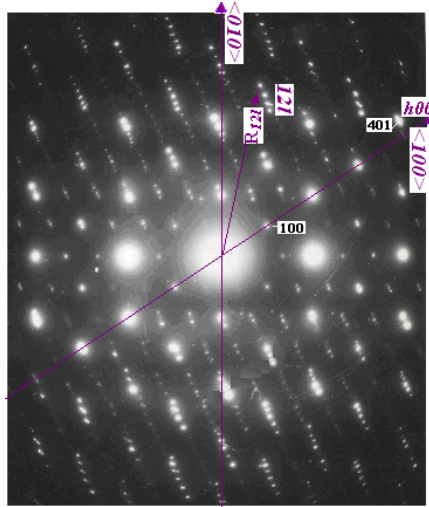


Рис.1. Электронограмма от CdInGaS_4 .

1. М. Г. Кязумов. Новые схемы получения электронограмм гексагональных и моноклинных кристаллов. Кристаллография, (2014), 59, 549-555.
2. G.Finch, H.Wilman The diffraction of electrons by molybdenite. // Trans. Faraday Soc. (1936), 32, 1539-1556.

Влияние контаминации на параметры выступа в высоковольтном РЭМ

Ю.В. Ларионов

1-Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, 119991, Москва, Вавилова 38

Влияние поверхностных явлений на свойства топологических элементов, создаваемых в нанoeлектронике, неуклонно возрастает с уменьшением их размеров. Чрезвычайно вредным поверхностным явлением является загрязнение этих элементов. Загрязнение (контаминация) поверхности существует внутри даже высоковакуумных растровых электронных микроскопов (ВВ РЭМ). Оно связано в первую очередь с оседанием углеродных (УВ) частиц, обитающих главным образом на поверхности исследуемого образца - на площади, сканируемую электронным пучком [1]. Но в наибольшей степени загрязнения возникают в вакууме, созданном диффузионными насосами, из которых УВ частицы проникают в колонну РЭМ. При этом, метрологические объекты (меры поверки РЭМ) страдают из-за загрязнения особенно сильно, т.к. подвергаются длительному и многократному сканированию на одном и том же участке поверхности. В РФ более половины РЭМ, используемых для измерения линейных размеров, имеют диффузионные насосы. Для метрологической поверки в том числе и таких РЭМ рекомендуется использовать меру ширины МШПС-2К [2].

Исследовано контаминационное искажение профиля выступов тест - объекта (подобного мере ширины МШПС-2) в нанометровом диапазоне размеров при сканировании его в РЭМ JSM6460 с диффузионным насосом. Этот РЭМ утвержден в качестве типа средства измерений для измерения линейных размеров [3]. До первого и после каждого очередного сканирования его выступа в этом РЭМ его изображение сканировалось в прецизионном ВВ РЭМ S4800 с диффузионной откачкой колонны. По вариации таких изображений после тестовых сканирований выступа в JSM6460 было зафиксировано изменение параметров геометрического профиля выступа в результате осаждения на него контаминационной пленки.

Оба РЭМ сканировали одни и те же участки выступа при энергии пучка 20 кэВ и увеличении 30.000X с промежутком между сканами в несколько минут. Размер пикселя на изображении от S4800, составил 1.65 нм. Время одного сканирования на JSM6460 -40 сек (ток пучка 200пА). Далее с помощью программы обработки РЭМ -изображений получался профиль видеосигнала (ВС) от выступа, усредненный по всем строкам его изображения в S4800.

Вариация этого ВС и демонстрировала степень изменения геометрического профиля выступа. Далее по измененному профилю ВС определялись эффективный диаметр электронного пучка, сканирующего выступ, и с его учетом - ширина верхнего основания этого выступа [4].

На Рис.1 показана вариация кривой ВС до, а также после первого и четвертого сканирований выступа на JSM6460. Видна нарастающая деградация первоначальной формы кривой (1), приводящая к увеличению значений ширины, а также диаметра электронного пучка РЭМ (не показано на этом Рис. На его вставке изображен модельный профиль сечения сканируемого выступа меры). Увеличение значения ширины (определенного в соответствии с [4]) уже после первого сканирования в JSM6460 составило ~ 5 нм. Изменение значения эффективного диаметра электронного пучка РЭМ S4800 оказалось также ~ 5 нм.

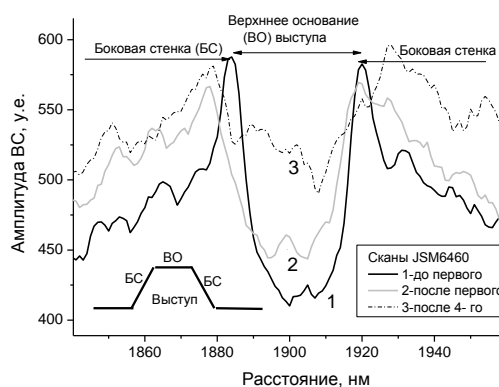


Рис.1 Форма кривой ВЧ от выступа в ходе 4-ех его сканов, ведущая к уширению значения верхнего основания на ~ 5 нанометров. Хорошо заметна деградация исходной кривой ВЧ.

Отметим, что погрешность измерения ширины верхнего основания выступа при его аттестации в качестве меры ширины не должна превышать ± 2 нм [2]. В работе будут представлены детали исследования и предложены способы уменьшения влияния контаминации на искажение профиля выступов меры при сканировании ее в РЭМ с диффузионной откачкой вакуумной колонны.

1. Ю.В.Ларионов, В.Б.Митюхляев, М.Н.Филиппов.//Поверхность, №9,с.53-64 (2008).
2. Свидетельство на тип средств измерений RU.C.27.010A №26441 (2012).
3. Свидетельство на тип средств измерений JP.E.27.036.A №47771 (2012).
4. Ч.П.Волк., Е.С.Горнев, Ю.А.Новиков, А.В.Раков Проблема измерения геометрических характеристик электронного зонда РЭМ./Труды ИОФАН т.62, с.77-120 (2006).

Осаждение контаминационной пленки на выступ в низковольтном РЭМ

Ю.В. Ларионов¹, Озерин Ю.В.²

1-Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, 119991, Москва, Вавилова 38

2- ПАО «Микрон», Москва, 14460, Зеленоград, 1-ый Западный проезд, 12/1.

Образование контаминационной пленки на поверхности образца в РЭМе является нежелательным и даже недопустимым. Совершенно недопустимо это в РЭМ- нанометрологии: - осаждение пленки изменяет ширину выступов, предназначенных для калибровки измерительных РЭМ. В [1] обнаружено влияние наведенных электрических зарядов под поверхностью выступа на его ширину. Однако, существует, по-видимому, не только прямое влияние наведенных зарядов на размер выступа, и косвенное – через осаждение контаминационной пленки.

Обнаружена сильная вариация осаждения контаминационной пленки (КП) на выступы при сканировании их в низковольтном измерительном РЭМе S9260. В одном предельном случае КП монотонно росла в ходе многократного сканирования выступа (Рис.1 а). Для другого выступа на той же пластине зафиксировано отсутствие роста КП при таком же его сканировании. КП на нем все же обнаружилась, но только в начале последующего его сканирования после выдержки пластины в атмосфере. В другом предельном случае образование КП на выступе не наблюдалось даже после многократных выдержек пластины в атмосфере (Рис.1 б).

Обнаружено также монотонное изменение эмиссии медленных вторичных электронов (МВЭ), выходящих из разных участков выступа, в ходе многократного и непрерывного его сканирования. При этом, при повторной загрузке пластины в РЭМ эмиссия МВЭ обычно восстанавливается к значениям, зафиксированным в начале предыдущего цикла. Любопытно, что и сам характер изменения эмиссии МВЭ на этом выступе также стремится к воспроизведению в новом цикле сканирования. Этот характер изменения эмиссии является «визитной карточкой» выступа, отличаясь от соответствующего характера изменения на других выступах.

Для объяснения явления сделано предположение, что в ходе сканирования выступа электронным пучком происходит электрическое зарядение участков его профиля. Зарядение локализуется в поверхностном слое окисной пленки, покрывающей выступы. Наведенные заряды изменяют эмиссию МВЭ из выступов, что вместе с наведенным зарядом

влияет на осаждение КП на его поверхность. Характер наведения зарядов по какой то причине отличается для разных выступов на пластине, но воспроизводится при повторяющихся сканированиях одного и того же выступа. Другое объяснение обнаруженного явления – воспроизводимое изменение работы низковольтного РЭМ при сканировании разных выступов (возможно, из-за разного наведения заряда на нем). В работе будут представлены экспериментальные данные, проясняющие степень влияния каждого из предложенных механизмов влияния наведенных зарядов на осаждение контаминационной пленки.

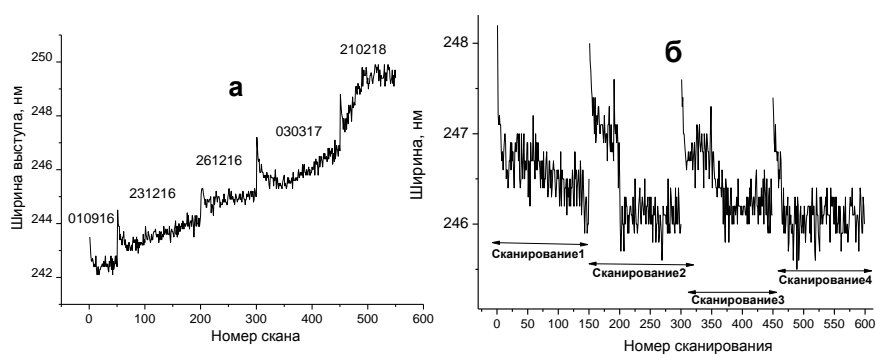


Рис.1. Вариация ширины выступа при последовательных циклах его сканированиях. Виден рост контаминационной пленки -а, и отсутствие ее образования -б.

[1] Ю.Ларионов, Ю.Озерин Вариация значений ширины выступов при измерении их в низковольтном РЭМ /Нано и микросистемная техника Т19. №12.С.723-729.

Особенности формирования муара на электронно-микроскопических изображениях квантовых точек, содержащих дислокации

Л.А. Сокура¹, В.Н. Неведомский¹, Н.А. Берт¹

¹Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, 194021, г. Санкт-Петербург, Россия

При исследовании микроструктуры материалов методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) зачастую изображение одного объекта накладывается и перекрывается с изображением выше или ниже лежащих объектов. Особенно интересные объекты получаются при наложении двух рассогласованных по периоду кристаллических решёток. Такие объекты называются муарами и часто наблюдаются на электронно-микроскопических (ЭМ) изображениях открытых квантовых точек (КТ) в двухлучевых дифракционных условиях (Рис. 1, а). Причины появления классического муара давно описаны, например, в работах [1, 2].

Однако если одна из кристаллических решёток содержит дефект, то картина муара становится сложной для интерпретации (Рис. 1, б). Наличие дефекта вызывает искажения кристаллической решётки, вследствие чего картина муара сильно изменяется. Кроме того, картины муара, в свою очередь, зачастую уменьшают контраст и искажают изображения дефекта.

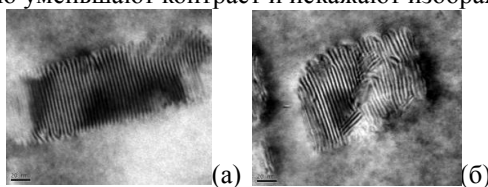


Рис. 1. ПЭМ-изображения наностроек в системе InSb/InAs в планарной геометрии с действующим дифракционным вектором $g=220$: а – классическая картина муара; б - картина муара со сложным рисунком.

Изображения протяжённых дефектов в однородной кристаллической решётке тоже хорошо изучены и предсказаны. Существуют методики для определения характеристик дефектов (в частности определения вектора Бюргера дислокации) по набору ПЭМ-изображений, снятых в различных условиях. Например, по изображениям в поперечном сечении КТ InSb/InAs известно, что на их границе раздела содержатся дислокации, а так же дефекты упаковки в самой точке [3]. На изображениях КТ в планарной геометрии появляется сильный муар, отличающийся от классического,

однако саму линию дислокации рассмотреть очень трудно.

Для того чтобы определить тип дефектов, содержащихся в образце, при исследовании его в планарной геометрии, нами было проведено моделирование картин муара, возникающих на ЭМ-изображениях наностроек, содержащих протяженные дефекты различного типа, в различных дифракционных условиях.

Модель наностроек-подложка была построена на основе результатов ПЭМ-исследований КТ в системе InSb/InAs [3]. Методом конечных элементов вычислены поля упругих напряжений и общие смещения, возникающие из-за разницы в постоянных кристаллических решёток КТ и подложки. По вычисленным значениям было проведено моделирование ПЭМ-изображений когерентной и напряжённой КТ, а также от КТ, содержащей дислокации различного типа (**Рис. 2**).

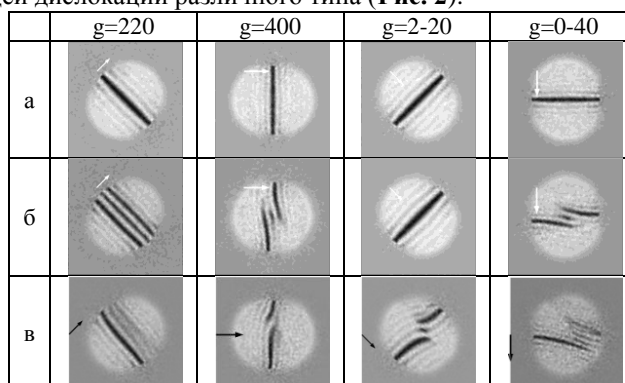


Рис. 2. Моделированные ЭМ-изображения идеальной КТ (а) и КТ, содержащих частичную дислокацию Франка с вектором Бюргера $b=a/3[111]$ (б) и полную 60° -дислокацию - $b=a/2[101]$ (в), для различных направлений вектора дифракции g .

Моделированные изображения КТ с дислокациями хорошо коррелировали с экспериментальными. Полученные результаты позволили объяснить экспериментально наблюдаемые особенности муарового узора от КТ InSb присутствием в ней дислокаций различного типа. Результаты моделирования позволяют определить тип дислокаций внутри КТ по виду муарового узора на ЭМ-изображениях островков в планарной геометрии.

1. *N.A.Bert, A.B.Freidin, A.L.Kolesnikova*, Phys. Status Solidi A. Appl. Mat., 2010, 207, 2323–2326.

2. *D.B.Williams and C.B.Carter*, Transmission Electron Microscopy, NY, 1996.

3. *N.A.Bert, V.N.Nevedomskiy, L.A.Sokura*, Journal of Phys. Conf. Ser., 2015, 586, 012004.

Аналитическое выражение для описания осцилляций интенсивности зеркального рефлекса от поверхности растущей гетероэпитаксиальной пленки

С.М. Шкорняков

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

В работе [1] теоретически был предсказан эффект размерного квантования коэффициента отражения электронов, падающих под малым углом скольжения на тонкую монокристаллическую гетероэпитаксиальную пленку. В работе [2] эта задача была решена с учетом среднего внутреннего потенциала кристаллической решетки пленки. В ней было получено выражение для коэффициента отражения $R(\alpha)$:

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

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

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

В настоящем сообщении в качестве аргумента для R предлагается выбирать непрерывно (а не дискретно) изменяющееся число N , которое, таким образом, будет соответствовать средней толщине пленки. В результате расчетов по этим формулам получаются осцилляционные зависимости $R_\alpha(N)$ с периодом, определяемым значениями α . Новым является тот факт, что этот период может быть больше, чем $\Delta N = 1$. Этим полученные результаты отличаются от экспериментальных [3] и теоретических [4] ранее выполненных работ. По-видимому, все вышесказанное может быть применено и к рассеянию нейтронов.

e-mail: shkorniyakov@mail.ru.

1. С.М. Шкорняков // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. (2013). №2. С. 99.

2. С.М. Шкорняков // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. (2017). №6. С. 83.

3. P.K. Larsen, P.J. Dobson., Eds., RHEED and Reflection Electron Imaging of Surfaces (Plenum, New York, 1988)

4. L.-M. Peng, M.J. Whelan // Surf. Sci. Lett. 238, (1990), L446-L452.

Секция 2.

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

Colonization strategy of *Solanaceae* plants by the phytopathogen *Pectobacterium atrosepticum* SCRI1043

A.G. Daminova^{1,2}, V.Y. Gorshkov^{1,2}, M.V. Ageeva¹, O.E. Petrova¹, P.V. Mikshina¹, Y.V. Gogolev^{1,2}

¹ Kazan Institute of Biochemistry and Biophysics, Federal Research Center "Kazan Scientific Center of RAS", 420111, Kazan, Tatarstan, Russian Federation

² Kazan Federal University, 420008, Kazan, Tatarstan, Russian Federation

The interaction of phytopathogen with plant is associated with a significant physiological modification of both organisms. It can be expressed by various symptoms of the disease or may be asymptomatic. For a long time it was believed that the disease symptoms are determined mainly by the physiological responses of the higher organism. Recently it has become obvious that bacteria are also capable to realize alternative colonization strategies, which is largely determined by the heterogeneity of microbial populations and the formation of specialized cell forms in diverse plant tissues, influencing the course of disease.

The heterogeneity of microbial populations is very poorly characterized during plant-microbe interactions. In our investigations we used the pathosystem consisting of the harmful phytopathogenic bacterium *Pectobacterium atrosepticum* SCRI1043 and specific (potato) and non-specific (tobacco) host plants. We tested the possibility of the formation of different bacterial phenotypes inside the plants. Inside the non-specific host, the *Pba* cells relatively evenly spread throughout the plant, while the potato plants were colonized locally. The cells were concentrated at the base of the stem, and the upper part of the shoot remained sterile. In infected parts of potato plants, the bacterial cell titer was 1-3 orders of magnitude lower than in tobacco plants, depending on the symptomatology. The stabilizing of the pathogen titer *in planta* at a relatively low level and the local colonization of the specific host provides probably the possibility of a more prolonged coexistence of the phytopathogen with its host, which can be regarded as a more perfect form of the plant-microbe interaction.

For the first time we have revealed new "multicellular" structures totally occluding xylem vessels of the host plant and termed them "bacterial emboli". These structures are composed of tightly packed bacterial cells with a specific phenotype and intercellular contact areas, having a predominant spatial orientation and a peculiar way of formation. Their formation is associated with the gellation of xylem sap provided by the products of polysaccharide degradation (the fragments of rhamnogalacturonan I) of the cell walls that serve as a matrix for *Pba* cells. Such structures were formed in the xylem vessels both

in the specific and non-specific host plants in the course of the development of the pronounced and inapparent disease symptoms after *Pba* infection. Bacterial emboli are likely to form conditions for bacterial downward migration through the xylem vessels resulting in rhizosphere colonization.

During the *Pba* interaction with potato and tobacco plants, the differences in the colonization of the parenchyma were revealed. In tobacco plants, the bacterial cells were localized throughout the entire volume of the parenchyma. The structure of the cortical parenchyma was disrupted, cellular organelles and compartments were completely disintegrated, and maceration of tissues was expressed. In the potato stems the pathogen was localized only in the subepidermal layers in the intercellular spaces. These spaces were characterized by very strong increased sizes and occupied almost the entire space of destroyed adjacent cells. The deeper layers remained intact in spite of the pronounced disease symptoms. In the intercellular spaces, the bacterial cells were characterized by the specific ultrastructural features: the periplasmic space was increased in the size; the cytoplasm was less electron-dense; at the periphery of cells small vesicular structures were formed. The cells with the same morphological features were revealed *in vitro* during the cultivation of *Pba* in the presence of the low molecular weight water-soluble metabolites extracted from the stems of potato.

Our investigation demonstrates that pectobacteria can realize different strategies in the colonization of the *Solanaceae* family plants. We revealed the general and specific characteristics of the colonization of the specific and nonspecific plants. The similarities and differences of the colonization are related to the functional specialization of *Pba* cells, depending on the type of colonized tissue and the stage of the infectious process.

This study was supported by RSF № 15-14-10022 and a grant MK-2191.2017.4.

Ultrastructural analysis of yeast *Candida guilliermondii* VP-4 during cultivation at nitrogen deficiency

¹K. Hovnanyan, ²L. Navasardyan, ²S. Marutyanyan, ¹M. Hovnanyan, ¹H. Gasparyan, ²A. Trchounian

¹Center of Technological Organic and Pharmaceutical Chemistry, National Academy of Sciences, 26 Azatutyan Str., Yerevan, 0014, Armenia;

²Department of Biochemistry, Microbiology and Biotechnology, Faculty of Biology, Yerevan State University, 1 Alex Manoogian Str., Yerevan, 0025, Armenia

Biochemical study of protein flow in the yeast cultures revealed deep qualitative and quantitative changes occurring in cells [1,2]. Even though the fact that an important significance is given to nitrogen deficiency and its consequences, but the role of nitrogen in the structural features of the yeasts and particularly on the viability and existence of living organisms in protein fractions and its effects are still poorly studied.

The purpose of this work was to find out the specific ultrastructural changes using the model of yeast *Candida guilliermondii* of nitrogen deficiency exposure or impact.

C. guilliermondii VP-4 cells have been grown in a liquid foodstuff where the carbon source was only D-glucose, 2% [1]. Nitrogen deficiency was created by lowering nitrogen source in 20-25%. Samples of cells were fixed with 2.5% buffered glutaraldehyde (pH 7.2) for 1 h at +4 °C. Some of the samples were also treated with phosphate buffered 1% osmium tetroxide (pH 7.2), after dehydration in ethanol. After being coated with vacuum-evaporations the sample surfaces were covered with a thin layer of aluminium, specimens treated by the above mentioned techniques were observed with the scanning electron microscope (SEM). Electron microscopy imaging analysis was performed using the digital program system "Morphology-Tesla" and X-ray microanalysis in SEM Vega Tescan.

SEM of *C. guilliermondii* cultivated in carbon and nitrogen-containing medium (control) has shown typical ultrastructural images for yeasts cells (Fig. 1), the clarification of the intercellular contacts zones was cell wall and fastening to the inorganic plate substrate. Measurement of cells by means of the program "Morphology-Tesla" has shown the following data: width was within 1.15-2.71 µm, average length – 3.22 µm and buds – 0.318 µm (see Fig. 1).

C. guilliermondii SEM examination of glucose environment showed the presence of longitudinal forms of cells with the average length of 9.0 µm and width of 3.0 µm (Fig. 2). In the distilled water, the yeasts cultivated under the nitrogen

deficiency conditions have been subjected to a series of modifications. Some giant vacuolized forms of longitudinal yeast was discovered. Longitudinal form with length within 10-14.5 μm and vacuolization form with diameter of 6.0-10.0 μm . (Fig. 3). Interestingly, vacuolized and longitudinal forms of yeast have been described previously for cultivated cultures under X-ray irradiation [3]. Thus, SEM comparative study of *C. guilliermondii* in nitrogen-deficiency environment has visualized cellular changes in culture populations, in the form of longitudinal forms of vacuolization, braking the cell division process.

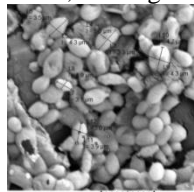


Figure 1. SEM images of cells *C. guilliermondii* VP-4 cultivated in carbon and nitrogen-containing medium (a), (b). Scale bar was 10 μm . For details, see text.

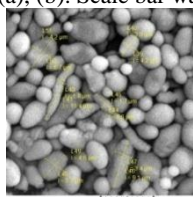


Figure 2. SEM images of *C. guilliermondii* NP-4 cultivated under nitrogen deficiency. The acidic environment contained only 2% glucose solution in distilled water. Scale bar was 10 μm . For details, see text.

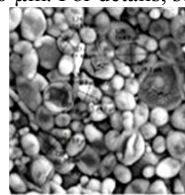


Figure 3. SEM images of *C. guilliermondii* VP-4 transferred in distilled water. Scale bar was 10 μm . For details, see text.

References

- [1] M.A. Davtyan, E.G. Bagdasaryan L.A. Navasardyan, Biolog. J. Armenia 1973, 26, 23-27 (in Russian).
- [2] S.D. Kohlwein, Microscopy Res. Technig 2000, 51, 511-529.
- [3] L. Navasardyan, K. Hovnanyan, S. Marutyanyan, A. Trchounian, Ind. J. Biochem. Biophys. 2017, 54, 273-280.

Membrane protein structure determination from twinned data using X-ray free electron laser

E. Marin¹, A. Luginina¹, A. Gusach¹, A. Mishin¹, K. Kovalev^{1,3}, V. Borshchevskiy¹, V. Cherezov^{1,2,*}

¹ *Moscow Institute of Physics and Technology (State University), Moscow, Russia*

² *The Bridge Institute, Department of Chemistry, University of Southern California, USA, California*

³ *ForschungszentrumJulich, Julich, Germany*

Membrane proteins are the key functional components of cell membranes and important targets for modern biology. They perform, among other functions, cell signaling and transport in living organisms and contribute to approx. 25% of the human genome [1]. Moreover, they cover up to 60% of the modern drug targets.

Due to the development of biochemical methods, as well as the improvement of crystallization methods [3], it has recently become possible to study their atomic structure using X-ray crystallography. However, such an approach to structure determination is severely limited due to radiation damage, occurring through ionization of electrons by high-energy X-ray photons. At the moment, with the inability to grow crystals of sufficient size, the method of serial femtosecond crystallography is widely used [4]. In addition, in 2011 the method of serial femtosecond crystallography was proposed, which allows one to collect structural data from micrometer-sized crystals without traditional radiation damage using free electron lasers.

In this work, we report structure determination of a membrane protein using X-ray free electron laser. For our data displaying some degree of twinning, we report processing procedure, allowing us to increase indexing rate and improve overall resolution of the data.

The work was supported by the Russian Science Foundation (project no. 16-14-10273).

[1] Wallin E., von Heijne G. Genome-wide analysis of integral membrane proteins from eubacterial, archaean, and eukaryotic organisms // *Protein Sci.* 1998. Vol. 7, № 4. P. 1029–1038.

[2] Overington J.P., Al-Lazikani B., Hopkins A.L. How many drug targets are there? // *Nat. Rev. Drug Discov.* 2006. Vol. 5, № 12. P. 993–996.

[3] Ehud M. Landau J.P.R. Lipidic cubic phases: A novel concept for the crystallization of membrane proteins // Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. National Academy of Sciences, 1996. Vol. 93, № 25.P. 14532.

[4] Martin-Garcia, J. M., Conrad, C. E., Nelson, G., Stander, N., Zatsepin, N. A., Zook, J., Zhu, L., Geiger, J., Chun, E., Kissick, D., Hilgart, M. C., Ogata, C., Ishchenko, A., Nagarathnam, N., Roy-Chowdhury, S., Coe, J., Subramanian, G., Schaffer, A., James, D., Ketwala, G., Venugopalan, N., Xu, S., Corcoran, S., Ferguson, D., Weierstall, U., Spence, J. C. H., Cherezov, V., Fromme, P., Fischetti, R. F. & Liu, W. (2017). IUCrJ 4, 439-454.

[5] Chapman H.N. et al. Femtosecond X-ray protein nanocrystallography // Nature. NIH Public Access, 2011. Vol. 470, № 7332.P. 73.

Биокоррозионные повреждения конструкционных алюминий-магниевых сплавов, исследования методами РЭМ с помощью ППК

Т.А. Алехова¹, А.Л. Васильев², Н.А. Загустина³, Т.Ю. Новожилова¹, Н.С. Чвалун²

¹МГУ им. М.В. Ломоносова, биологический факультет, 119991 Москва, Ленинские горы, д. 1, стр.12, Россия

²НИИЦ Курчатовский институт, 123182, Москва, пл. Ак. Курчатова, д.1, Россия

³ФИЦ «Биотехнологии» РАН, 119071 Москва, Ленинский пр. 33, стр. 2. Россия

При длительных космических полетах человека на орбитальных станциях (ОС) на борту космического аппарата обнаруживается широкий спектр различных микроорганизмов, обладающих биоповреждающими свойствами по отношению к различным конструкционным материалам. Развитие микроорганизмов-деструкторов на поверхности конструкционных материалов на РС МКС приводит к необходимости изучения как самого процесса биокоррозии, так и способов ограничения возникших очагов размножения микрофлоры и повреждения поверхности. Постоянный мониторинг микрофлоры ОС позволил собрать коллекцию микроорганизмов – обитателей РС МКС и использовать их для проведения модельных наземных испытаний по исследованию их биокоррозионного потенциала на образцах алюминий–магниевого сплава АМг6 и 1570 в соответствии с ГОСТ 9.048-89. После окончания эксперимента (3 месяца) биокоррозионные повреждения образцов исследовали методами современной электронной микроскопии – сканирующей, атомно-силовой и растровой электронной, в ходе которых оценивалась глубина и площадь повреждения [1].

Для защиты конструкционных поверхностей были испытаны различные пленочные дезинфицирующие покрытия. Перспективным оказалось использование тонких пленок на основе поли-пара-ксилилена (ППК). Эти пленки инертны, биосовместимы, нетоксичны, с низкой проницаемостью для кислорода и влаги. Они показали высокую проникающую способность. Нанесение таких пленок будет приводить к гибели микроорганизмов на поверхности. ППК использовали для изготовления реплик и исследования биокоррозионных повреждений АМг6 под действием одного из активных грибов *Ulocladium botrytis* Preuss. Изготовленный полимер наносили на подвергнутый биокоррозионному воздействию образец, в результате заполнения полимером каверны, создавалась реплика образца. Далее полимер

отделяли от алюминиевого сплава, получая модель каверны для её исследований. Реплику исследовали в электронно-ионном микроскопе Helios. Для получения изображения в растровом электронном микроскопе (РЭМ) на поверхность ППК наносили Au.

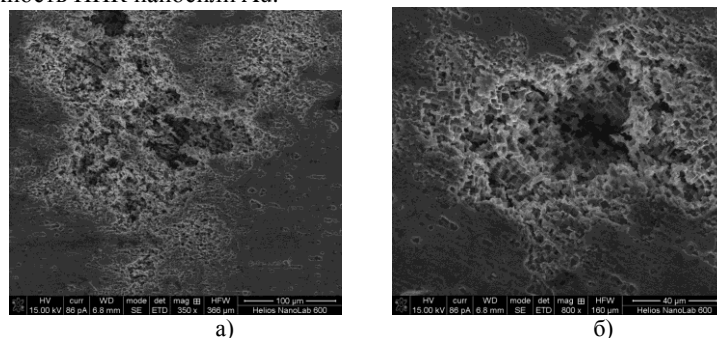


Рис. 1 Изображения, полученные в РЭМ Helios (FEI, США), каверн различной глубины (а, б) на поверхности алюминий магниевого сплава АМгб

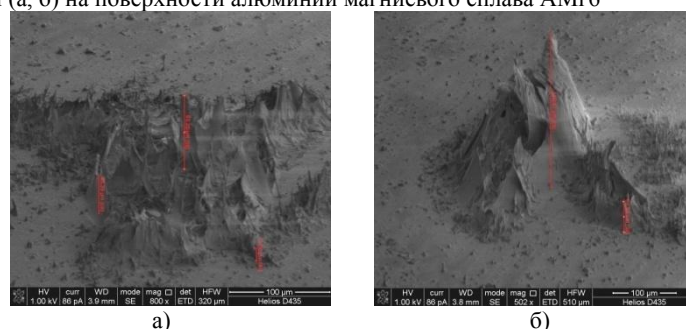


Рис. 2 Изображение в РЭМ Helios отпечатка каверн, полученное при использовании полимерных реплик (а – менее глубокие биокоррозионные повреждения поверхности до 100мкм, б - высокие пики на поверхности полимерной реплики, соответствующие более глубоким кавернам до 300 и более мкм

На рис. 1 представлены изображения биокоррозионных каверн, полученные в РЭМ, на рис.2 изображения реплик каверн с определением их размеров. Использование ППК предоставляет возможность не только полностью изолировать опасные скопления микроорганизмов и защитить ОС от их воздействия, но и позволяет изучить форму и глубину произошедших изменений конструкционного сплава АМгб.

Т.А. Алехова., В.Я Шкловер, Н.А. Загустина, Н.В. Швындина, А.Д. Плотников, А.Л. Васильев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2010, 9, 1-8.

Сканирующая электронная микроскопия клинических изолятов *Staphylococcus aureus* после воздействия антибактериальных препаратов разных групп

С.Г. Андреевская¹, Н.В. Шевлягина^{1,2}, Д.Р. Псеунова²

¹ ФГБУ «Национальный Исследовательский Центр Эпидемиологии и Микробиологии им.Н.Ф.Гамалеи» Минздрава России, 123098, г.Москва, ул.Гамалеи, 18, Россия.

² ООО «Лаборатория Гемотест», 107031, г.Москва, Рождественский б-р, д.21, с.2, Россия.

В медицинской практике актуальной остается проблема выявления возбудителей в организме, для решения которой разрабатываются новые методики и технические решения. В этой связи важным является применение микроскопических методов для выявления и идентификации микроорганизмов в биологических средах человека. Кроме того, изучение особенностей ультраструктуры микроорганизмов под влиянием различных воздействий не теряет своей актуальности.

Целью нашего исследования явилось изучение морфологических особенностей клинических изолятов *S.aureus* после воздействия антибактериальных препаратов разных фармакологических групп.

Для исследования были использованы три клинических штамма *S.aureus* в количестве 1×10^6 КОЕ/мл, выделенных из кала взрослых пациентов при микробиологическом исследовании микрофлоры кишечника. Воздействие антибактериальных препаратов на *S.aureus* производилось в момент постановки определения антибиотикочувствительности диско-диффузионным методом согласно общепринятой методике [1] в клинической практике. В работе были использованы следующие антибактериальные препараты из разных фармакологических групп: бензилпенициллин, клиндамицин, эритромицин, линезолид, цефокситин, офлоксацин, гентамицин. Преимуществом пробоподготовки образцов для исследования явился предлагаемый способ получения отпечатков микроорганизмов с твердой питательной среды. Т.е. с поверхности зон подавления роста *S.aureus* после воздействия антибиотиков с помощью кремниевых пластинок получали отпечатки, отражающие морфологическое состояние стафилококка. Полученные таким образом препараты без предварительного обезвоживания анализировали с помощью двулучевого сканирующего ионно-

электронного микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, США) в режиме высокого вакуума при ускоряющем напряжении 5-10 кВ.

В результате исследования было показано, что выраженные изменения ультраструктуры *S.aureus* в виде дисковидных форм (рис.1А) присутствовали в зонах воздействия антибиотиков бактериостатического механизма действия (клиндамицин, эритромицин, линезолид). В условиях применения бактерицидных препаратов (цефокситин, гентамицин, офлоксацин, бензилпенициллин) подобные изменения морфологии *S.aureus* не наблюдались. Изменение размеров *S.aureus* в зонах подавления роста имели разнонаправленный характер, иногда в пределах воздействия одного антибиотика. В зонах подавления роста под воздействием линезолида, цефокситина, офлоксацина и гентамицина, было выявлено гомогенное вещество, структурно идентичное экзоклеточному матриксу биопленки (рис.1Б), и микроформы бактерий.

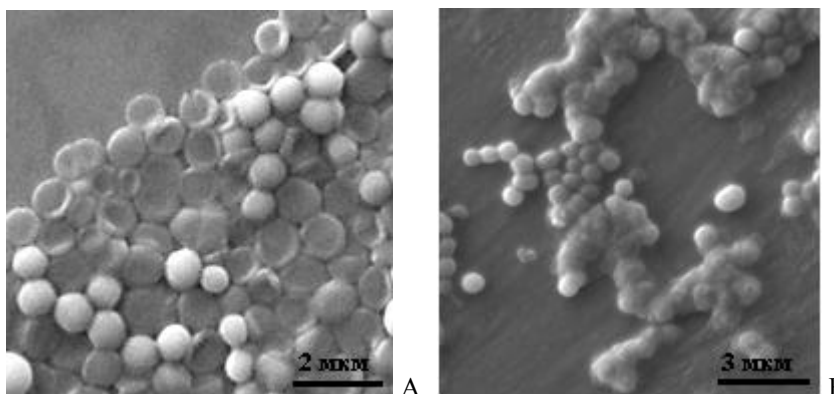


Рис.1. СЭМ изображения: А – дисковидные формы *S.aureus* после воздействия эритромицина; Б - биопленка *S.aureus*, сформированная после воздействия линезолида.

Таким образом, предложенный способ получения отпечатков микроорганизмов с твердой питательной среды позволил выявить спектр морфологических изменений *S.aureus* после воздействия антибактериальных препаратов.

1. Клинические рекомендации по определению чувствительности к микроорганизмам к антимикробным препаратам. Версия 2015-02.

Электронная микроскопия как инструмент экспресс диагностики вирусных заболеваний сельскохозяйственных растений

Е. А. Ахатов, А. А. Манькин

ФГБУ «НИЦЭМ им. Н. Ф. Гамалеи», г. Москва, ул. Гамалеи, д. 18

Экономика современного мира, характеризующаяся высокой степенью глобализации, создаёт предпосылки для стремительного изменения логистических маршрутов различных товаров. Вследствие этого через торговые сети реализуются продукты сельскохозяйственного производства не просто из других стран, но и с других континентов. При этом происходит зачастую неконтролируемое смешивание вирусных популяций различных частей земного шара, поскольку карантинные службы многих государств могут быть просто не готовы к своевременному выявлению абсолютно экзотических для их региона патогенов. Это приводит к быстрому распространению этих патогенов на новых территориях, т. к. местные сельхозпроизводители также оказываются неготовы к этим новым угрозам. Особенно уязвимы в этом отношении тепличные комплексы, поскольку в них растения эксплуатируются на пределе их физиологических возможностей для получения максимального урожая, что требует полного изменения их естественной среды обитания, заменённой искусственными системами корневого питания и освещения. В этих условиях вирусные инфекции распространяются с особенно высокой скоростью. А учитывая их экзотичность для данного региона, молекулярных средств для их своевременного выявления и идентификации (ИФА, ПЦР) зачастую просто нет.

Электронная микроскопия позволяет быстро и точно дифференцировать вирусные заболевания от всех других. При этом, в отличие от уже упомянутых методов, основанных на ПЦР и ИФА, нет необходимости заранее знать перечень искомых объектов. Поскольку электронная микроскопия позволяет просто визуализировать сам факт наличия вирионов в образце, она даёт возможность находить любые вирусы, даже неизвестные в регионе и на которые ещё нет коммерчески доступных антител или праймеров. Кроме того по морфологии обнаруженных вирионов можно классифицировать вирусный агент и разработать молекулярную тест-систему.

В качестве примеров такого подхода приведём случаи выявления пока ещё редких для России вирусов мозаики пегино (PerMV) и жёлтой мозаики

цуккини (ZYMV). ZYMV поражает самую распространённую в защищённом грунте России культуру – огурец, ПерMV – вторую по распространённости – томат. Оба вируса приводят к катастрофическим эпифитотиям в тепличных хозяйствах, заканчивающимся потерями от 50% до 100% урожая.

Вирус ZYMV долгое время не выявлялся, т. к. по симптоматике сходен с более распространённым вирусом зелёной крапчатой мозаики огурца (CGMMV). При электронной микроскопии их легко дифференцировать, CGMMV имеет форму жёстких палочек длиной чуть более 300 нм и диаметром 18 нм, в то время как более редкий для России ZYMV имеет филаментную форму, вирионы гибкие, длиной около 700 нм и диаметром 11-13 нм (Рис. 1). В дальнейшем правильность идентификации подтверждена ПЦР и секвенированием.

Вирус ПерMV также долгое время не был идентифицирован в связи с тем, что агрономы были незнакомы с его симптоматикой. При электронной микроскопии образцов поражённых растений (Рис. 2) в большом количестве отмечены гибкие филаментные вирионы длиной около 500 нм (для вируса ПерMV характерна длина 508 нм). Сходные вирионы из поражающих томат вирусов имеет только вирус PVX, но его симптоматика сильно отличается. Правильность определения была подтверждена ПЦР и последующим секвенированием. Также на основе полученного секвенса было установлено, что попавший в Россию штамм имеет южноевропейское происхождение.

Таким образом электронная микроскопия является важным инструментом для быстрой первичной диагностики в ситуациях, когда круг предполагаемых патогенов очень широк.

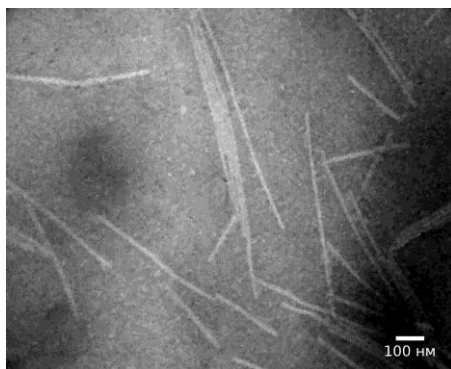


Рис. 1. Вирионы ZYMV

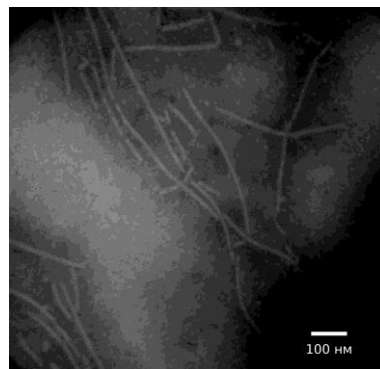


Рис. 2. Вирионы ПерMV

Микроморфологические особенности поверхности листьев некоторых видов рода *Elitrigia* (Poaceae)

А.В. Бабоша, П.О. Лошакова, В.П. Упелник

Главный ботанический сад им. Н.В. Цицина РАН, 127276 Москва, ул. Ботаническая, 4.

Микроструктура поверхности листьев злаков обладает высоким разнообразием, что позволяет использовать некоторые характерные ее особенности в таксономических целях [1]. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) успешно использована для определения ряда таксонов сем. Poaceae [2–4]. Представители рода *Elitrigia* широко используются в качестве доноров полезных признаков при межвидовой гибридизации в селекции пшеницы [5]. Некоторые особенности эпидермального строения родительских видов успешно наследуются и могут быть прослежены у гибридных форм методом СЭМ [6]. Целью работы было нахождение специфических микроморфологических особенностей поверхности листьев видов рода *Elitrigia*, пригодных для определения отдельных видов рода и их мониторинга в сортах пшеницы, полученных методом отдаленной гибридизации.

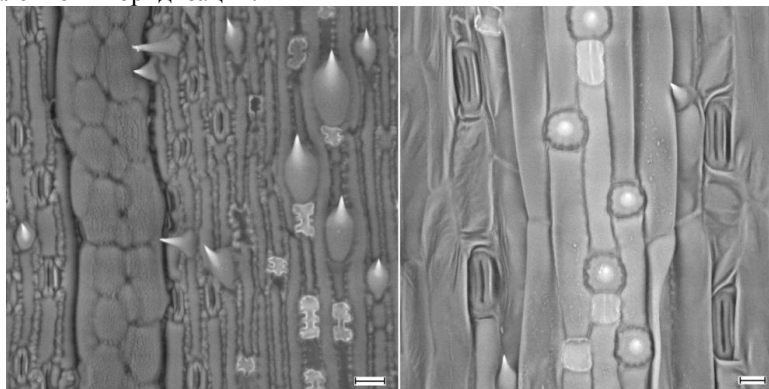


Рис.1. Адаксиальная поверхность *E. canadensis* (слева) и *E. glaucum* (справа). Масштабный отрезок – 20 мкм.

Для сканирующей электронной микроскопии фрагменты листовой пластинки средней части листа среднего яруса полевых растений при помощи термопасты АлСил-3 либо КПТ-8 наклеивали на медную пластинку (2 x 4 см), которую затем аналогично фиксировали на столике

замораживающей приставки «Deben Cool stage» (Великобритания). Образцы исследовали при $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (криоСЭМ) на сканирующем электронном микроскопе LEO-1430 VP (Carl Zeiss, Германия) с использованием детектора обратно рассеянных электронов QBSD.

Как видно из рисунка, поверхность исследованных видов сильно различается у разных видов рода. В таблице приведены диагностические признаки, которые позволяют различать исследованные виды по качественным признакам микроструктуры поверхности.

Таблица. Степень проявления (0–3) специфических микроморфологических особенностей поверхности листьев у некоторых видов рода *Elitrigia*

Виды	Признаки						
	1	2	3	4	5	6	7
<i>E. canadensis</i>	0	2	3	3	0	0	0
<i>E. dauricus</i>	0	0	0	0	0	0	0
<i>E. farctus</i>	3	0	0	2	2	0	0
<i>E. elongatum</i>	3	0	0	2	0	0	3
<i>E. glaucum</i>	1	0	0	1	0	1	3

Примечание: 1. Микрошипы в виде щитка на обеих сторонах листа; 2. кремневые тела гантелевидной формы на обеих сторонах листа; 3. мелкие и средние микрошипы на абаксиальной стороне; 4. мелкие и средние микрошипы на адаксиальной стороне; 5. крупные микрошипы на адаксиальной стороне; 6. крупные микроволоски на адаксиальной стороне; 7. удлиненные кремневые тела на адаксиальной стороне

1. R.P. Ellis. In: Soderstrom TR, Hilu KW, Campbell CS, Barkworth ME (eds) Grass systematics and evolution. Smithsonian Institution Press, Washington, DC, 1986. pp. 3–10.

2. П.Д. Гудкова, М.В. Олонова. Вестник Томского государственного университета. Биология, 2012, 3 (19).

3. Y.X. Zhang, C.X. Zeng, D.Z. Li. Botanical journal of the Linnean Society, 2014, 176(1), 46–65.

4. R. Khan, M. Ahmad, M. Zafar, A. Ullah. Microscopy research and technique. 2017, 1–18.

5. A.A. Kocheshkova, P.Yu. Kroupin, M.S. Bazhenov, G.I. Karlov, A.A. Pochtovyy, V.P. Upelniek, V.I. Belov, M.G. Divashuk. PLOS ONE. 2017, 12, 11. e188049.

6. M. Klimko, I. Wysakowska. Steciana, 2015, 19(1).

Низкоинтенсивное лазерное излучение не индуцирует опухолевый рост (Электронномикроскопические исследования)

И.М. Байбеков, А.Х. Бутаев

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

Более полувека лазерное излучение широко используется в медицине.

Для стимуляции многих биологических процессов – регенерации клеток и тканей, миграции клеток, микроциркуляции, иммунитета и др. широко применяется низкоинтенсивное лазерное излучение -НИЛИ. Одним из спорных проблем лазерологии является вопрос - может ли НИЛИ индуцировать формирование опухолей? Наш 35 - летний опыт использования НИЛИ в клинике и эксперименте даёт основание ответить на этот вопрос.

С использованием световой, электронной трансмиссионной и сканирующей микроскопии, радиоавтографии, люминесцентной микроскопии, гистохимии и морфометрии изучены результаты нескольких тысяч экспериментов и клинических сеансов лазеротерапии. Это лазерные воздействия с помощью гелий- неоновых, инфракрасного, ультрафиолетового и лазера на парах меди на экспериментальные дерматомные раны, хронические гастродуоденальные язвы, костный мозг и «лазерный душ» у крыс породы «Вистар». Изучены структурные особенности влияния локального и внутрисосудистого лазерного излучения - ВЛОК при дерматозах, пародонтитах, циррозах печени, язвенных кровотечениях и др. патологиях.

Показано, что НИЛИ стимулирует, как пролиферацию клеток, так и способствует ускорению их дифференцировки, что на ультраструктурном уровне проявляется возрастанием относительной объёмной доли внутриклеточных структур: комплекса Гольджи, эндоплазматической сети, митохондрий и др.(Рис.1-4) В секретирующих клетках отмечаются ультраструктурные признаки активизации секреторной активности ни в одном случае, как экспериментальных исследований, так и клинических наблюдения не отмечено появление атипических клеток и опухолевой трансформации клеток и тканей. Это обусловлено, тем, что НИЛИ не только стимулирует пролиферативную активность, их миграцию, но и

способствует ускорению дифференцировки всех типов клеток, особенно, эпителиальных.

Многочисленные наблюдения позволяют заключить, что НИЛИ не вызывает появления опухолей.

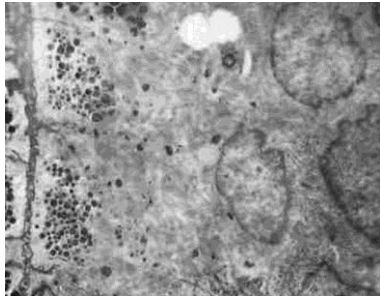


Рис. 1. Небольшое число секреторных гранул и ультраструктур для гетеросинтеза в покровно - ямочных клетках при препилорической язве ТЭМ $\times 7500$.

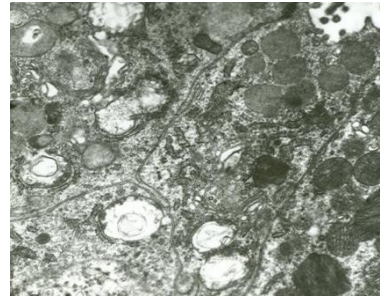


Рис. 2. Небольшое число секреторных гранул и ультраструктур для гетеросинтеза в шейечных клетках при препилорической язве ТЭМ $\times 7500$.

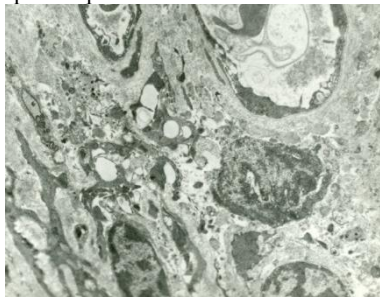


Рис. 3. Возрастание объёма зернистой эндоплазматической сети и комплекса Гольджи в добавочной клетке. Крупные муцинозные гранулы. Воздействие НИЛИ. ТЭМ $\times 1500$.

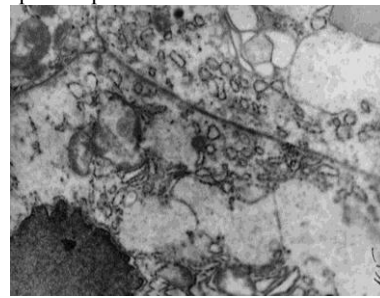


Рис. 4. Возрастание объёма зернистой эндоплазматической сети и комплекса Гольджи в добавочной клетке. Крупные муцинозные гранулы. Воздействие НИЛИ. ТЭМ $\times 1500$.

Ультраструктура слизистой оболочки полости рта при протезных стоматитах и лазерных воздействиях

И.М. Байбеков¹, М.М. Ирханов², М.Г. Аббасова²

1 Республиканский научно-практический медицинский центр хирургии им акад. В. Вахидова. 2. Ташкент, Узбекистан.

2 Ташкентский стоматологический институт. Узбекистан.

Несмотря на совершенствование свойств материалов используемых для производства съёмных протезов, так называемые протезные стоматиты являются нередким осложнением у пациентов, пользующихся съёмными протезами.

Особенности изменений слизистой оболочки полости рта – СОПР и поверхности используемых протезов с помощью сканирующей электронной микроскопии - СЭМ не изучены.

Для СЭМ биоптаты СОПР и фрагменты использованных протезов после фиксации 2,5% растворе глутарового альдегида и четырёхокисью осмия, подвергали обезвоживанию в спирте-ацетоне, затем высушивали методом критической точки в аппарате НСР-2 и напыляли золотом в аппарате ИВ-2. Исследовали в электронном микроскопе Hitachi S405A.

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

Микрофотографии подвергали компьютерной обработке на компьютере Pentium IV с использованием программы Windows Professional.

Исследования с помощью СЭМ рельефа поверхности СОПР у пациентов с аллергическим стоматитом выявили неоднородность рельефа. Сглаженность кромок гребней чередуется со значительными углублениями и деформациями (рис.1). На поверхности СОПР выявляются скопления микроорганизмов – палочек, кокков и грибов. На поверхностях протеза, контактировавших с СОПР определяются скопления налёта гомогенного вещества, особенно в углублениях (рис.2-4).

При больших увеличениях отчётливо видно, что налёт представляет собой скопления дискретных телец микроорганизмов, представляющие собой палочки и кокки. В отдельных участках скопления микроорганизмов, преимущественно палочек, формируют типичные колонии (рис.4). В некоторых зонах микроорганизмы располагаются настолько плотно, что затруднительно различить подложку протеза.

В отдельных участках поверхность протеза представляется сглаженной.

Изучение с помощью СЭМ использованных протезов показало, что длительное использование протеза приводит к выраженному старению его поверхности. На ней появляются плоские пластинки – чешуйки, указывающие на расслоение протеза. В других участках отмечается сглаженность рельефа.

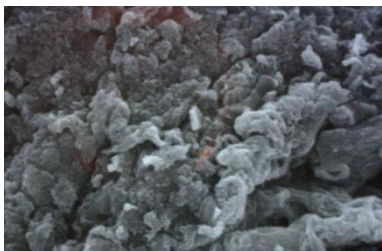


Рис. 1. Разнообразные наложения на поверхности альвеолярного гребня у пациента с аллергическим стоматитом. СЭМ $\times 1000$.

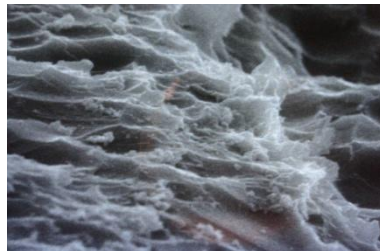


Рис. 2. Фрагмент использованного протеза (этакрил) у пациента с аллергическим стоматитом, со скоплениями налёта гомогенного вещества в порах. СЭМ $\times 1000$.

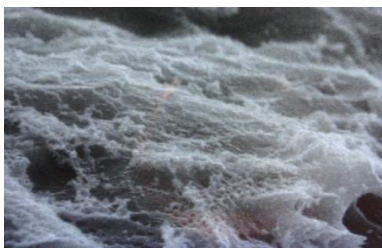


Рис.3. Фрагмент использованного протеза (этакрил) у пациента с аллергическим стоматитом. Скопления гомогенного вещества по всей поверхности. СЭМ $\times 1000$.

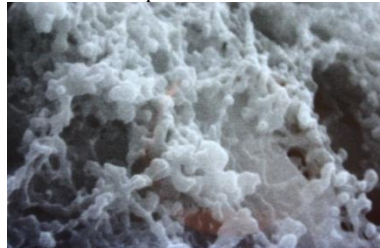


Рис.4. Палочки и кокки на поверхности протеза у пациента с аллергическим стоматитом. СЭМ $\times 4000$.

Исследование пространственной организации макромолекулярных комплексов методами крио-электронной томографии

Т.Н. Баймухаметов¹, Ю.М. Чесноков¹, Ж.А. Афонина², А.Г. Мясников⁴,
А.Л. Васильев^{1,3}

¹ *Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия*

² *Институт белка Российской академии наук, Москва, Россия*

³ *Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника" Российской академии наук, Москва, Россия*

⁴ *Калифорнийский университет, Сан-Франциско, США*

Крио-электронная томография (крио-ЭТ) является мощным инструментом современной структурной и клеточной биологии, позволяющим исследовать трехмерную организацию различных макромолекулярных комплексов в их близком к нативному состоянии. В комбинации с суб-томографическим усреднением при определенных условиях эксперимента и достаточном объеме исходных данных, крио-ЭТ обеспечивает суб-нанометровое разрешение, позволяя классифицировать объекты исследования относительно структурной гетерогенности с учетом их возможного клеточного окружения и позиционирования в объеме образца.

В данной работе, на примере образцов эукариотических полирибосом, полученных в Институте белка РАН, описана методология крио-ЭТ и вычислительные методы, лежащие в основе томографической реконструкции и суб-томографического усреднения. Полирибосомы (полисомы) представляют собой упорядоченные структурно-функциональные комплексы рибосом, одновременно транслирующих одну молекулу мРНК. Эукариотические полисомы, как правило, имеют характерную структурную организацию различной геометрии, отличающуюся типом контактов между рибосомами и топологией полисомной мРНК. Предполагается, что полисомы различной структурной организации различаются также функционально. Для понимания процессов трансляции, а также механизмов, определяющих структурную организацию полисом, необходима информация о взаимных расположениях, ориентациях рибосом и составе белковых факторов трансляции, входящих в комплекс.

Для получения томографических данных использовался просвечивающий крио-электронный микроскоп Titan Krios (FEI, США) с КМОП устройством прямого детектирования электронов Falcon II (FEI, США). Результаты работы свидетельствуют о потенциальной возможности решения задачи взаимосвязи особенностей структурной организации полисом и их активности.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 16-34-60148 с использованием оборудования центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», <http://ckp.nrcki.ru/>.

Исследование цианобактерии *Arthrospira platensis* методом атомно-силовой микроскопии

А.В. Боков, П.В. Лямкин, М.А. Коннычев, С.В. Рогожкин, С.В. Степанов, В.С. Столбунов

"НИИ "Курчатовский институт" – ИТЭФ. 117218 Россия, Москва, ул. Большая Черемушкинская, 25

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) позволяет исследовать поверхность субмикронных и наноразмерных объектов. Среди достоинств метода – относительно простая пробоподготовка. Метод активно применяется при изучении морфологии биологических объектов: клеток и субклеточных структур, отдельных макромолекул. С помощью АСМ исследуются поверхности мембранных светособирающих комплексов (фотосистемы 1, 2), ферментного комплекса АТФ-синтазы [1-3], проводятся исследования вирусов и их взаимодействия с поверхностью клетки [4].

Объект настоящего исследования – нитчатая цианобактерия *Arthrospira platensis* (рис.1). Отсутствие токсинов и высокая пищевая ценность бактерии [5], а также возможность роста на минеральной среде позволяют использовать её как источник питания в условиях пилотируемых космических станций. Ввиду этого важно оценить радиорезистентность *A. platensis* при воздействии ионизирующего излучения высокой энергии (в том числе тяжелыми ионами), включая влияние облучения на морфологию клеток.

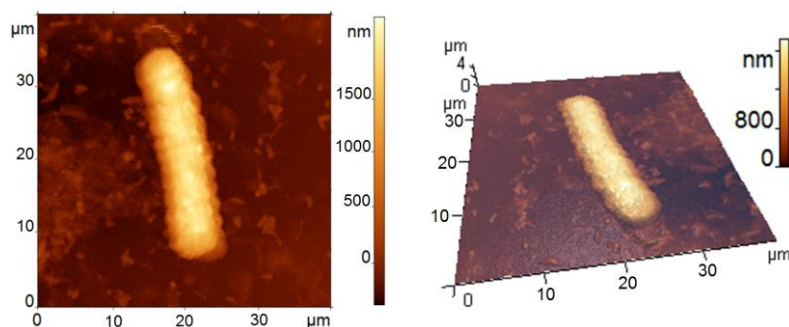


Рис. 1. Трихомы *A. platensis* до облучения

В данной работе были проведены исследования поверхности трихомы цианобактерии *Arthrospira platensis* в нормальных условиях и после облучения протонами с энергией 21,6 МэВ и плотностью потока $2 \cdot 10^{10}$ ион/(имп·см²). Оценки, выполненные в SRIM, показывают что потери энергии в стенке кюветы составляют ~ 2,7 МэВ, а непосредственно в образце – 7 МэВ, что

отвечает дозе 220 Гр на 1 импульс. В результате эксперимента было обнаружено, что культура перестаёт активно размножаться после 3 и более импульсов (660 Гр). Несмотря на полученные повреждения, форма бактерий значительно не изменяется вплоть до 100 импульсов, после чего видна явная деградация её поверхности (рис. 2).

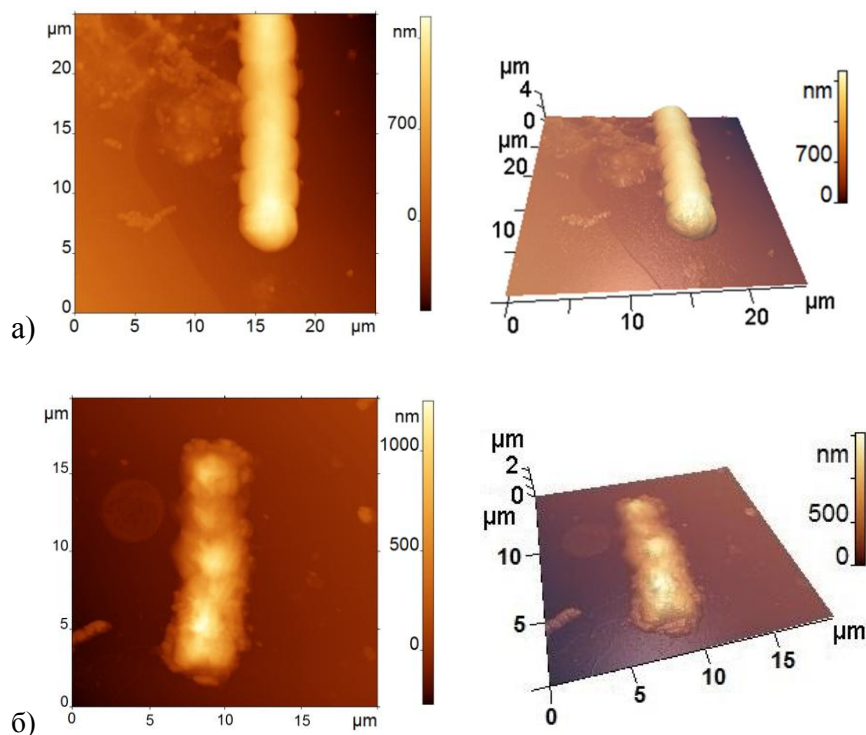


Рис. 2. Трихомы *A. platensis* после облучения: (а) 10 импульсов, (б) 100 импульсов

1. D. Fotiadis, D.J. Müller, G. Tsiotis et al. Journal of molecular biology. 1998. V. 283. №. 1. P. 83-94.
2. H. Kirchhoff, S. Lenhert, C. Büchel et al. Biochemistry. 2008. 47. 431-440.
3. D. Pogoryelov, J. Yu, Th. Meier, J. Vonck, et al. EMBO reports. 2005. V. 6. №. 11. P. 1040-1044.
4. E.V. Dubrovin, A.G. Voloshin, S.V. Kraevsky et al. Langmuir. 2008. V. 24. №22 P. 13068-13074.
5. B.W.B. Holman, A.E.O. Malau-Aduli. Journal of animal physiology and animal nutrition. 2013. V. 97. №4. P. 615-623.

Применение иммуноцитохимии «post-embedding» в исследовании натрийуретических пептидов

М.Л. Бугрова, М.В. Галкина, Е.И. Яковлева

*ФГБОУ ВО "Приволжский исследовательский медицинский университет"
Минздрава России, г. Нижний Новгород, Россия*

В настоящее время в биологических исследованиях применение трансмиссионной электронной микроскопии является одним из наиболее адекватных методов визуализации субклеточных структур. Разнообразные методики включают в себя как классический электронно-микроскопический анализ, так и криоультрамикроскопию и иммуноцитохимию. Иммуноцитохимические методы подразделяют на две большие группы по времени проведения реакций с антителами: до заключения образца в заливочную среду «pre-embedding» и после – «post-embedding». В настоящем исследовании представлен способ определения предсердного натрийуретического пептида (ПНП) «post-embedding» и количественная оценка содержания его в гранулах секреторных кардиомиоцитов.

Образцы фиксировали в 2,5% растворе глutarальдегида на фосфатном буфере (рН=7,4) и в 1% растворе OsO₄ с последующим обезвоживанием в спиртах восходящей концентрации, ацетоне и заливкой в смесь Эпона с Аралдитом [1]. Ультратонкие срезы толщиной 75-80 нм, помещенные на никелевые сетки, обрабатывали 3%-ной перекисью водорода в течение 20 мин для разрыхления смолы и повышения иммунореактивности ткани, затем инкубировали в растворе поликлональных антител к ПНП (Rabbit anti-Atrial Natriuretic Factor (1-28) (rat), Peninsula Laboratories, LLC, Wachen, США) с рабочим разведением 1:2000 в течение 1 сут при 4°C. Затем использовали белок А, конъюгированный с коллоидным золотом (15 нм) (Protein-A/Gold, 15 nm, EM Grade, Electron Microscopy Sciences, США), с рабочим разведением 1:20 [2]. Препараты контрастировали уранилацетатом, цитратом свинца и анализировали в трансмиссионном электронном микроскопе Morgagni 268D (фирмы FEI, США).

Применяли количественный анализ гранул А - и В – типов и их общего числа с иммунореактивной меткой в полях зрения (38x38 мкм, (по 30 полей в 1 препарате, 3 животных в выборке)), причём учитывали только те поля, в которых обнаруживали клетки с гранулами. Использовали классификацию гранул: А-тип - осмиофильные с четкой мембраной, осуществляющие накопление и хранение пептида; В-тип - менее электронноплотные с

размытой мембраной, выделяющие гормон в саркоплазму [2, 3] (Рис. 1). Полученные данные обрабатывали в программе Statistica 10.0 с применением критерия Манна-Уитни, результаты считали достоверными при $p < 0,05$.

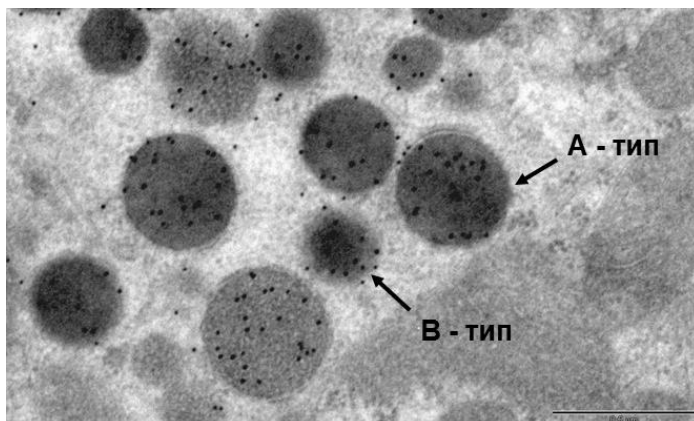


Рис. 1. Иммуноцитохимическое определение гранул А - и В - типов, содержащих предсердный натрийуретический пептид в кардиомиоцитах правого предсердия. Ув. $\times 60000$.

Полученные данные позволяют качественно и количественно оценить содержание ПНП в кардиомиоцитах в условиях нормы и при патологии [4].

Таким образом, метод иммуноцитохимии «post-embedding» имеет большое преимущество, так как расширяет возможности для исследования молекул биологически активных веществ даже на архивном материале. Кроме того, он не ограничивает во временных рамках и позволяет многократно использовать экспериментальные образцы для решения разнообразных научных задач.

1. М.Л. Бугрова, Д.А. Абросимов, Е.И. Ермолин. *Бюллетень экспериментальной биологии и медицины*, 2017, 6, 773-777.

2. М.Г. Мартынова, Е.В. Накацева, М.И. Емельянова, О.М. Моисеева, И.Л. Ерохина. *Цитология*, 2008, 3, 237-242.

3. H. Mifune, S. Suzuki, Y. Noda, S. Mohri, K. Mochizuki. *J Vet Med Sci*, 1991, 53, 561-568.

4. М.Л. Бугрова. *Цитология*, 2016, 2, 129-134.

Электронная микроскопия взаимодействия шовного материала с тканями кожных ран под влиянием лазерного и светодиодного излучения

А.Х. Бутаев, Д.Н. Мардонов

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

Изучалось заживление линейных ран кожи спины крыс, ушитых с помощью нитей Prolene (поли- и моно-филаментные) после облучения инфракрасными лазерами «Матрикс-ВЛОК» и «Милта» с использованием комплекса морфологических методик.

Для трансмиссионной- ТЭМ и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) препараты, после фиксации в 2,5% растворе глутарового альдегида на фосфатном буфере и дофиксации в 1% растворе четырёхокси осмия, подвергали обезвоживанию в спирте-аcetоне, затем высушивали методом критической точки в аппарате HCP-2, напыляли золотом в аппарате IB-2 и исследовали в микроскопах JEOL JSM-6010LV и Hitachi-S405 с фотографированием с экрана монитора последнего с помощью цифровой камеры Canon. Для ТЭМ ультратонкие срезы контрастировали растворами уранилацетата и цитрата свинца и изучали в микроскопе Hitachi H-600

В ранние сроки наблюдения (3 суток) на поверхности раны формируется струп. Под струпом воспалительная инфильтрация с доминированием дифференцированных лимфоцитов с единичными фибробластами. Основной объём занимают бесклеточные зоны – участки отёка, внесосудистые эритроциты и лимфоциты. В эти же сроки при лазерном облучении ран отмечается снижение проявлений альтеративной фазы воспаления, отмечается возрастание числа фибробластов и появление молодых микрососудов, существенно снижается относительная объёмная доля, занимаемая бесклеточными зонами.

Изучение структурных особенностей взаимодействия нитей пролена с биотканями показало, что контакты нитей с тканями, в ранние сроки наблюдения, вызывают выраженные проявления воспалительных реакций в виде полиморфноклеточной инфильтрации, отёка и кровоизлияний. В отдельных случаях отмечено скопление кальцинозных депозитов. Эти реакции более выражены при использовании полифиламентных нитей и в участках повреждения поверхности нитей.

Уже через 3 сеанса фототерапии с использованием НИЛИ, отмечено существенное снижение проявлений воспалительных реакций вокруг нитей пролена с формированием грануляционной ткани, увеличение относительной объёмной доли микрососудов и фибробластов (рис. 1-4). Это сопровождается снижением относительной объёмной доли внесосудистых эритроцитов, лимфоцитов и бесклеточных зон.

На 7 сутки в группе облучённых животных имеет место выраженная эпителизация раневого дефекта.

На 10 сутки раневой дефект полностью эпителизируется. Имеет место ремоделирование рубца со снижением количества микрососудов.

Исследования показали, что НИЛИ вызывает ультраструктурные изменения клеток, указывающие на интенсификацию их дифференцировки и выполнение специфических функций.

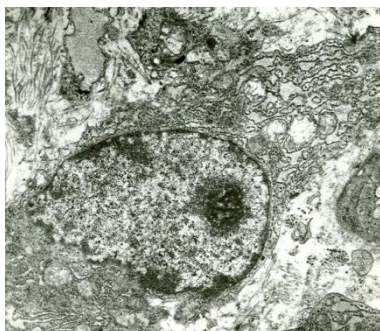


Рис 1. Фибробласт активно синтезирующий коллаген. Рана 3 суток, облучение ГНЛ. ТЭМ $\times 3000$

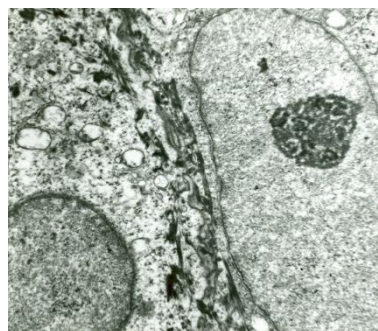


Рис 2. Клетки шиповатого слоя раны. Ядро с крупным ядрышком, большое число тонофиламент. 3 суток облучения ГНЛ. ТЭМ $\times 3000$.

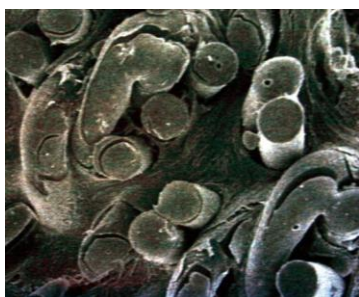


Рис 3. Взаимодействие нитей Prolene с клетками раны. 3 суток облучения ГНЛ. СЭМ $\times 1000$.

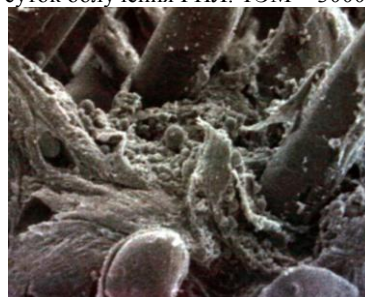


Рис. 4. Взаимодействие нитей Prolene с клетками раны. 3 суток облучения. Контроль. СЭМ $\times 1000$.

Особенности анатомической структуры листовых пластинок пшениц, полученных в результате межвидовых скрещиваний

М.М. Геворкян, А.В. Бабоша, П.О. Лошакова, В.П. Упелниек

Главный ботанический сад им. Н.В. Цицина РАН, 127276 Москва, ул. Ботаническая, 4.

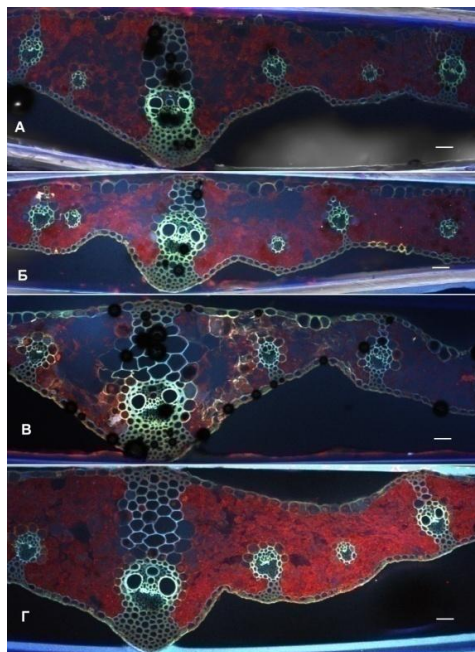
Особенности анатомического строения злаков используют в диагностических целях, а также при оценке продуктивности сортов пшеницы. Особое внимание уделяют форме пластинки на поперечном разрезе, наличию кия, его форме, степени ребристости пластинки, форме ребер, особенностям трихом, характеру расположения пузыревидных клеток, склеренхимы, клеток обкладки, проводящим пучкам [1–3]. В данной работе впервые провели сравнительное исследование поперечных срезов листьев представителей видов *Triticum aestivum* L. (сорт Московская 39), пшенично-элимусного гибрида (сорт Рубежная), синтетического вида *Trititrigia cziczinii* Tsvet. (сорт Отрастающая 55) и селекционной формы *Trititrigia cziczinii* Tsvet. (№4015) с использованием конфокального микроскопа Olympus FV1000D при возбуждении флуоресценции лазером с длиной волны 405 нм.

Детали строения листовых пластинок хорошо заметны на поперечных срезах листовых пластинок (рис.1). Клетки мезофилла заметны благодаря красной флуоресценции хлорофилла. Клеточные стенки эпидермы и сосудистые пучки благодаря наличию фенольных лигниноподобных соединений флуоресцируют в синей и зеленой части спектра.

Форма листовой пластинки сортов Московская 39 и Отрастающая 55 отчетливо волнистая. У сорта Рубежная слегка волнообразная, у №4015 средне гофрированная с закругленными ребрами. Адаксиальная поверхность листовой пластинки сортов Московская 39 и Отрастающая 55 в виде широких округлых ребер, слегка вдающихся внутрь. №4015 отличается широкими четкими ребрами, заметно вдающимися внутрь на адаксиальной стороне. У сорта Рубежная адаксиальная и абаксиальная поверхности практически гладкие, без выступающих ребер. Киль у сортов Московская 39 и Рубежная достаточно заметный, округлый. У №4015 и Отрастающая 55 четко выделяющийся, заостренный. В листьях №4015 и сорта Отрастающая 55 срединный проводящий пучок погружен несколько глубже в сторону кия, в отличие от срединного положения у 2-х других сортов.

У всех исследованных сортов мезофилл радиальный, эпидермальные клетки одревесневшие, наружные стенки утолщены и покрыты тонкой кутикулой. Пузыревидные клетки, располагаются в районе борозд адаксиальной стороны листа в форме характерного веера. Склеренхима представлена адаксиальными и абаксиальными склеренхимными балками и нитями, а также в виде колпачка среднего размера в краевой области листа.

Срединный проводящий пучок у всех сортов расположен напротив кия, окружен клетками обкладки и мощными склеренхимными балками, идущими как к абаксиальной, так и адаксиальной сторонам листа. Пучки второго порядка (среднего размера) всех сортов, также окружены клетками обкладки и снабжены склеренхимными поддержками в виде небольших балок и нитей, причем не всегда с двух сторон. Самые мелкие пучки



третьего порядка окружены клетками обкладки, но лишены склеренхимы. Пучки первого, второго и третьего порядка располагаются в один ряд по центру пластинки. Каждому пучку соответствует ребро адаксиальной стороны листовой пластинки. Их число можно связать с длиной листа. Пучки 2-го порядка имеют форму эллипса, а пучки 1-го и 3-го порядка – округлую форму. Хорошо развитая система проводящих пучков и наличие склеренхимных поддержек (балки и нити), говорят о высокой прочности и устойчивости к полеганию, что является важным показателем в сельском хозяйстве.

Рис. 1. Центральный пучок на поперечном резе листовых пластинок сортов: А – Московская 39, Б – Рубежная, В – Многолетняя 4015, Г – Отрастающая 55. Масштабная линия соответствует 50 мкм.

1. *R.P. Ellis*. Bothalia, 1976, 12, 65–109.
2. *F. Ahmad, M. Hameed, K. Shafique, M. Ashraf*. Int. J. Agric. Biol., 2015, 17, 2, 271–279.
3. *Е.В. Горемыкина*. Вестн. Волгогр. гос. ун-та. Сер. 11, Естеств. науки, 2013, 1 (5), 4–12.

Иммуноцитохимическое исследование распределения транспортеров глюкозы SGLT1 и GLUT2 в энтероцитах с применением электронной и конфокальной микроскопии

Н.М.Грефнер¹, Л.В.Громова², Я.Ю.Комиссарчик¹

¹*Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²*Институт физиологии им. И.П.Павлова, Санкт-Петербург, Россия*

Изучение процессов всасывания сахаров представляет интерес как в фундаментальном, так и в прикладном аспекте. Транспортеры глюкозы SGLT1 и GLUT2 играют ключевую роль в трансэпителиальном переносе сахаров из просвета кишечника в кровяное русло. Изменение их количественного соотношения и локализации в энтероцитах сопровождается распространенными в настоящее время заболеваниями такими как метаболический синдром и сахарный диабет 2-го типа.

Процессы всасывания глюкозы в тонком кишечнике с участием транспортеров SGLT1 и GLUT2 довольно подробно изучены методами физиологии и биохимии, однако их морфологические основы остаются малоизвестными. К сожалению, взаимодействие транспортеров с внутриклеточными компартментами и цитоскелетом, их перенос от мест синтеза к апикальной и базолатеральной мембранам, интернализация белков в цитоплазму плохо изучены.

На протяжении последних лет, используя конфокальный микроскоп, мы изучали распределение транспортеров глюкозы в энтероцитах при различных видах углеводных нагрузок и моделировании стресса и диабета 2-го типа. Нам удалось показать локализацию обоих транспортеров в определенной области энтероцитов и перераспределение транспортера GLUT2 в зависимости от величины нагрузки, а также колокализацию транспортеров с актином и микротрубочками. Однако разрешающая способность конфокального микроскопа недостаточна для изучения взаимодействия транспортеров с внутриклеточными компертментами. Иммуноцитохимическая реакция на препаратах, заключенных в смолы, оказалась неэффективной, по-видимому, из-за повреждения мембранных белков в процессе пробоподготовки. В связи с этим обстоятельством мы использовали иммуноцитохимический анализ ультратонких криосрезов в электронном микроскопе

Нами было показано, что транспортер SGLT1, который является основным переносчиком глюкозы через апикальную

мембрану, располагается преимущественно в апикальной части энтероцитов в области щеточной каймы, и его расположение остается неизменным вне зависимости от нагрузки. При исследовании в конфокальном микроскопе мы видим, что SGLT1 образует кайму по периметру кишечной ворсинки, а на электрономикроскопических фотографиях видны метки к транспортеру на микроворсинках и вблизи апикальной мембраны. При этом большинство меток заключены в везикулы.

Изучение распределения транспортера GLUT2 с помощью конфокального микроскопа показало, что при низких углеводных нагрузках (до 50 мМ) этот транспортер располагается в базальной части энтероцитов, где осуществляется выведение глюкозы из энтероцита в кровяное русло. На фотографиях таких образцов мы видим метку к транспортеру вблизи базальной мембраны. При высоких нагрузках (75 мМ) и при моделировании стресса или диабета 2-го типа транспортер перемещается в апикальную область и включается в транспорт глюкозы через апикальную мембрану. В этом случае при изучении препаратов на конфокальном микроскопе мы наблюдали увеличение количества транспортера в апикальной области энтероцитов, а при изучении срезов на электронном микроскопе — многочисленные метки к транспортеру на микроворсинках и в субапикальной цитоплазме. При этом, как и в случае с SGLT1, метки заключены в везикулы.

Иммуноцитохимическое исследование везикул, в которых заключены метки к транспортерам, показало, что они являются ранними или поздними эндосомами и лизосомами.

В дальнейшем мы планируем изучить взаимодействие везикул, содержащих транспортеры, с цитоскелетом, чтобы выяснить механизм перемещения везикул с транспортерами в клетке.

Работа частично выполнена на базе Ресурсного центра «Развитие молекулярных и клеточных технологий» Санкт-Петербургского государственного университета.

Электронная микроскопия суспензии вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) обработанных полиоксометаллатами различного состава (ПОМ).

Гущина Е.А.¹, Лисицын Ф.В.¹, Лопатина О.А.¹, Суэтина И.А.¹, Исаева Е.И.¹, Ковалевский Ц.А.², Буданов Б.А.², Даличик Ф.А.², Мезенцева М.А.¹.

¹ФГБУ ФНИЦЭМ им Н.Ф. Гамалеи Минздрава России, Москва.

²ФГБУИ институт химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, Москва.

Грипп – одна из самых распространенных инфекций человека, которые вызывают большое количество осложнений. Высокая изменчивость вируса гриппа требует создания новых высокоэффективных препаратов. Одним из перспективных направлений при создании противовирусных препаратов могут быть полиоксометаллаты Кеггина (ПОМ)

Полиоксометаллаты (ПОМ) – это класс стабильных металло-оксидных неорганических соединений, строение и электронные свойства которых легко могут быть модифицированы. Они являются востребованы в нанотехнологии для использования в биоинженерии и медицине, в том числе с целью создания противовирусных и противоопухолевых препаратов.

Целью работы являлось исследование биологического воздействия на структуру вирионов и влияния ПОМ на биологическую активность. Противовирусное действие изучали по влиянию наночастиц ПОМ на геммаглютинирующую (ГА) и инфекционную активность вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂). Показано, что инфекционная активность вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) снижалась под влиянием образца H₄SiW₁₂O₄₀ (рис. 1) – на 6.0 Lg TCID₅₀, образца H₄SiMo₁₂O₄₀ (рис. 2) – на 6.0 Lg TCID₅₀, образца H₃PmO₁₂O₄₀ (рис. 3) - на 4.5 Lg TCID₅₀. Считается, что снижение показателей на 2 Lg по отношению к контролю является показанной противовирусной активностью.

Изменения в структуре и морфологии частиц вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) проводили методом негативного контрастирования 1% водным раствором уранилацетата. Полученные препараты исследовали при помощи электронного микроскопа Jeol 100Сх.

В ходе выполнения работы была обнаружена корреляция между противовирусной активностью ПОМ и структурными изменениями

вирионов вируса гриппа, что свидетельствует об эффективности методического подхода.

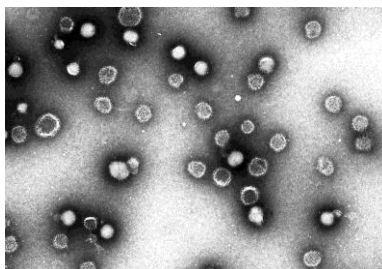


Рис. 1. Суспензия вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) обработанная H₄SiW₁₂O₄₀. Деформированные вирусные частицы, число разрушенных составляет примерно 30%. 100 000^x.

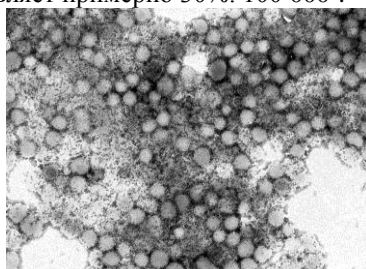


Рис. 2. Суспензия вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) обработанная H₄SiMo₁₂O₄₀. Прошла геммаглютинация вирусных оболочек. 100 000^x.

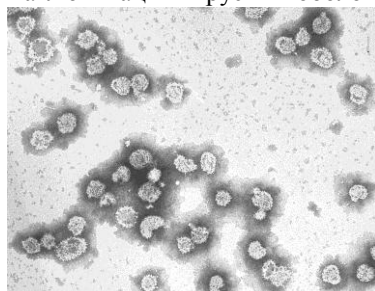


Рис. 3. Суспензия вируса гриппа A/Aichi/(H₃N₂) обработанная H₃PMo₁₂O₄₀. Деформация вирусных оболочек. 100 000^x.

Умножение центриолей в клетках мерцательного эпителия у архоофорных и неоофорных турбеллярий

И.М. Дробышева

Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Россия

Покровы ресничных червей образованы однослойным мерцательным эпителием, многоресничные клетки которого, выполняя функцию локомоции, должны возобновляться на клеточном/субклеточном уровнях. К архоофорным турбелляриям относятся таксоны плоских червей в основании филогенетических схем Plathelminthes, тогда как неоофорные турбеллярии занимают более продвинутое положение [1]. Цель данной работы состояла в сравнении ультраструктурных характеристик центриолегенеза у представителей архоофорных и неоофорных таксонов плоских червей для выяснения путей эволюции цилиогенеза в ключевых группах беспозвоночных.

У архоофорной турбеллярии *Notoplanahumilis* (Plathelminthes, Polycladida) структуры, типичные для цилиогенеза, наблюдаются во многих мерцательных клетках эпидермиса. Единичные центриолы и небольшие группы из нескольких центриолей разбросаны по всей цитоплазме ресничной клетки, тогда как свободные базальные тельца (центриоль+корешки) встречаются более редко и только в ее апикальной зоне. Новые центриолы порождаются в основном “*denovo*” из растворенных в цитоплазме молекулярных предшественников. Формирование морфологически выраженных центриольных предшественников не характерно для *N. humilis*.

У неоофорных турбеллярий *Friedmaniellasp.* (Prolecithophora), *Geocentrophorawagini* и *Geocentrophorainterstitialis* (Lecithoepitheliata) образование будущих базальных телец происходит у всех исследованных видов главным образом классическим ацентриольным путем [2]. Однако предшественники центриолей у пролецитофоры и лецитопителиата различаются. У *Friedmaniellasp.* каждая центриоль формируется внутри индивидуального филаментозного скопления – не ограниченной мембраной структуры из спрессованных филаментов, с диаметром 200-300 нм. У *G. wagini* центриолы возникают в кластерах фиброзных гранул (размером 50-80 нм), свободно разбросанных по цитоплазме. Крупные кластеры состоят из десятков фиброзных гранул, в отдельных кластерах наблюдаются процентриолы. Два кластера из не менее 70 фиброзных гранул обнаружены в погруженных телах эпидермальных клеток у *G. interstitialis*.

Центриольный способ амплификации центриолей в мерцательных клетках, при котором зарождение процентриолей инициируется родительскими центриолями, среди турбеллярий на сегодняшний день описано у представителей

архоофорных групп Plathelminthes: Catenulida [3] и Macrostomida [4], а также у Acoela [5], вынесенных за пределы плоских червей в филум Xenacoelomorpha в основании Bilateria [6, 7]. При этом у Macrostomida одновременно отмечалось образование процентиолей “denovo”. У неоофорной турбеллярии *Schmidteamediterranea* (Tricladida) амплификация центриолей происходит только “denovo” в связи с отсутствием канонической centrosомы [8, 9]. Во всех перечисленных группах структуры-предшественники центриолей обнаружены не были, но демонстрировались у неоофорных ресничных червей *Syndesmis echinorumi* и *Paravortex cardii* из Rhabdocoela [10].

Все вышесказанное наводит на мысль о том, что представители продвинутых неоофорных таксонов (Prolecithophora, Lecithoepitheliata, Rhabdocoela), в отличие от архоофорных турбеллярий (Catenulida, Macrostomida, Polycladida), способны формировать дополнительные органеллы, которые предшествуют амплификации центриолей ацентриолярным путем. Такие органеллы, представленные в форме филаментозных скоплений или кластеров фиброзных гранул, могут быть хранилищами молекулярных предшественников, необходимых для построения центриолей, а также центрами организации микротрубочек (ЦОМТ). Имеющиеся данные позволяют предположить, что развитие этих дополнительных органелл в эволюции происходило в рамках филума Plathelminthes.

Исследование проведено с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Таксон» Зоологического института РАН (http://www.ckp-rf.ru/ckp/3038/?sphrase_id=8879024) при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (бюджетная тема № АААА-А17-117030110029-3) и гранта РФФИ 16-04-00593.

1. C.E. Laumer and G. Giribet. Biol. J. Linnean Soc., 2014, 111, 570–588.
2. И.М. Дробышева. Зоологический журнал, 2014, 93, 377-393.
3. U. Ehlers. Microfauna Mar., 1992, 7, 311–321.
4. S. Tyler. Hydrobiologia. 1981, 84, 231–239.
5. S. Tyler. Trans. Am. Microsc. Soc., 1984, 103, 1–15.
6. J.T. Cannon, B.C. Vellutini, J. Smith III, F. Ronquist, U. Jondelius & A. Hejnol. Nature, 2016, 530, 89–93.
7. G.W. Rouse, N.G. Wilson, J.I. Carvajal & R.C. Vrijenhoek. Nature, 2016, 530, 94–97.
8. A. Sakai-Wada, C. Mukaidani. Chromosoma, 1985, 93, 43-48.
9. J. Azimzadeh, M.L. Wong, D.M. Downhour, A. Sanchez Alvarado, W.F. Marshall. Science, 2012, 335, 461–463.
10. B. Cifrian, P. García-Corrales, S. Martínez-Alos. J. Morphol., 1992, 213, 147–157.

Наноструктурированные подложки для подсчета бактерий, полученные методом ионной имплантации

В.Г. Евтюгин¹, А.М. Рогов¹, Л.Р. Валеева¹, В.В. Сальников¹, Ю.Н. Осин¹,
В.Ф. Валеев², В.И. Нуждин², А.Л. Степанов²

¹ Казанский федеральный университет 420008 г. Казань, ул Парижской коммуны 9, Россия

² Казанский физико-технический институт им. Завойского – обособленное структурное подразделение ФИЦ КазНЦ РАН, 420029 г. Казань, Россия

Целью работы является разработка, создание и апробация специфических регулярных наноструктурированных устройств для обеспечения подсчета биологических микрообъектов методами высокоразрешающей электронной и зондовой микроскопии. Возможность создания принципиально новых технологических контролирующих и анализирующих систем, а также разработка новых методик характеристики клеточного материала предельно малого размера могут позволить решить ряд проблем по изучению и идентификации различных биологических объектов.

Ионная имплантация в настоящее время является одной из основных методик, используемой в промышленной полупроводниковой микроэлектронике для формирования различных типов нано- и микроустройств. В настоящей работе метод ионной имплантации был использован для создания на поверхности покровных силикатных стекол (20x20 мм, толщина 170 мкм) периодических структур в виде сеток с размерами ячеек 50 мкм.

Имплантация проводилась ионами Ag^+ с энергией $E = 40$ кэВ, дозой облучения $D = 3.1 \cdot 10^{17}$ ион/см² и плотностью тока в ионном пучке $J = 20$ мкА/см² через медно-никелевую маску-сетку. В результате под действием бомбардировки ионами Ag^+ на поверхности стеклянных подложек образовались периодические квадратные углубления, повторяющие форму маски-сетки, как это показано на изображении атомно-силового микроскопа (АСМ) Bruker Dimension FastScan (Рис. 1).

Анализ методом АСМ показал, что глубина распыления стекла составляет 40-60 нм (Рис. 2). На следующем этапе на подложки с сетками наносилась суспензия микроорганизмов вида *Bacillus subtilis* после 18-часового культивирования при 28°C (Рис. 2). На сформированные подложки с нанесенными клетками проводилось напыление проводящего тонкого нанометрового слоя золота/палладий. Методом энерго-дисперсионного элементного анализа (ЭДС) было показано, что при использовании картирования по элементам четко прослеживается распределения меди, диффундировавшей в стекло в процессе имплантации. Расположение бактерий регистрируется по карте распределения углерода методом СЭМ (Рис. 3).

Использование наноструктурированных подложек с сетками, полученных методом ионной имплантации позволяет проводить подсчеты для таких сложных объектах, как биопленки. Глубина возбуждения электронов при ЭДС-картировании позволяет получить изображение решетки даже из под плотного слоя органики, что значительно расширяет возможности анализа микробных биопленок.

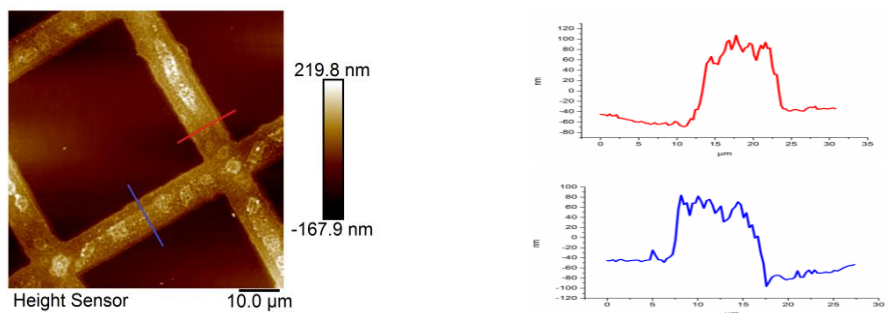


Рис 1. Изображения АСМ (Bruker Dimension FastScan) и профили наноструктурированных подложек, полученных в результате имплантации

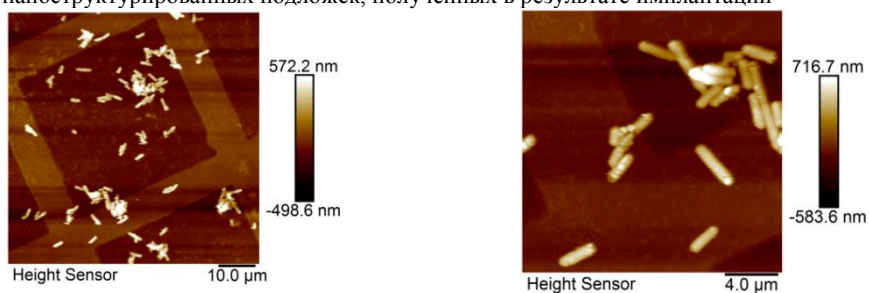


Рис 2. Изображения АСМ (Bruker Dimension FastScan) наноструктурированных подложек с нанесенными на них бактериями вида *Bacillus subtilis*



Рис 3. Изображения СЭМ (Carl Zeiss Merlin) и ЭДС-карты наноструктурированных подложек с нанесенными на них бактериями вида *Bacillus subtilis*

Создание тонких плёнок на основе хитозана для биомедицинского применения

Ю.В. Жуйкова, А.А. Зубарева, В.П. Варламов

Федеральный Исследовательский Центр «Фундаментальные основы биотехнологии» РАН, 119071 Москва, Ленинский пр-т, 33, стр. 2, Россия

Тонкие пленки, созданные на основе природных полисахаридов, в последние годы привлекают повышенное внимание ученых. Это связано с их преимуществами по сравнению с синтетическими материалами, прежде всего хорошей биологической совместимостью с живыми тканями, низкой токсичностью, биоразлагаемостью, что позволяет использовать их в различных областях биотехнологии и биомедицины.

Хитозан является природным биосовместимым полисахаридом, который представляет собой сополимер N-ацетил-D-глюкозамина и D-глюкозамина. За счет наличия в звене молекулы протонированной аминогруппы хитозан обладает высокой плотностью положительного заряда в кислых значениях pH. Степень дезацетилирования (СД) и молекулярная масса (ММ) – основные характеристики хитозана, которые могут оказывать существенное влияние как на структуру материалов на его основе, так и на их свойства. Влияние СД и ММ хитозана на структурные параметры тонких пленок исследовали с помощью метода АСМ. Выявлено, что хитозан с ММ 200 кДа и СД 95% формировал более однородное покрытие, изменение СД до 38% приводило к уменьшению адсорбции хитозана на отрицательно заряженную подложку. Низкомолекулярные (14 кДа, 30 кДа) образцы имели более высокие значения шероховатости и сил адгезии, по сравнению с образцами с ММ 200 кДа.

С помощью АСМ также установлено, что основную роль при формировании хитозанового покрытия на инертной подложке ВОПГ играет pH раствора хитозана. При приближении pH раствора к pK_a образца хитозана (6,18) уменьшается число протонированных аминогрупп, и количество адсорбированного вещества на подложке увеличивается за счет, преимущественно, гидрофобных взаимодействий, а не электростатических, как в случае с заряженной подложкой. Взаимодействия тонкой пленки с подложкой важно учитывать при создании материалов на их основе для определенного практического применения.

Пленки на основе природных полисахаридов находят широкое применение, прежде всего, в биомедицинской области. Биологическая

совместимость тонких пленок на основе хитозана и других природных полисахаридов оценивали путем культивирования на их поверхности фибробластоподобных клеток. Выявлено, что клетки на пленках хитозана с различными характеристиками клетки недостаточно адгезировали и распластывались. Это связано, прежде всего, с наличием положительного заряда на поверхности таких пленок. Для его нейтрализации методом послойной сборки слоев были созданы многослойные пленки на основе хитозана и к-каррагинана, имеющего отрицательно заряженные функциональные группы. Такие покрытия сохраняли стабильность в жидкой среде и обеспечивали хорошую адгезию фибробластов к поверхности (рис. 1).

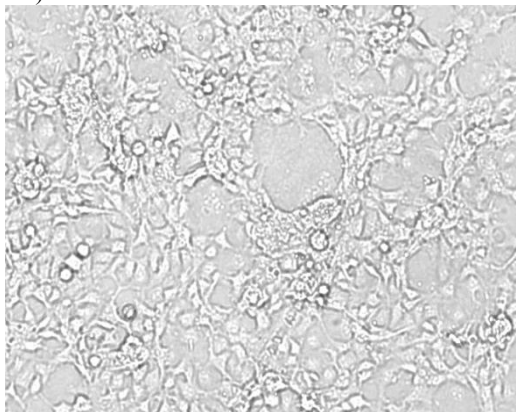


Рис. 1. Изображение (световая микроскопия, $\times 400$) клеток линии COS-7 на поверхности многослойных пленок из хитозана с ММ 200 кДа, СД 95% и к-каррагинана.

Тонкие полимерные покрытия на основе хитозана могут применяться для улучшения характеристик медицинских изделий, путем нанесения на их поверхность и повышения биологической совместимости.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-00186 мол_а.

Применение сканирующей электронной микроскопии при микробиологической диагностике бактериемии

В.Г. Жуховицкий^{1,3}, С.Г. Андреевская¹, Т.М. Мругова², И.В. Качалова²,

¹ ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н.Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, дом 18

² ФГБНУ «Российский национальный центр хирургии имени академика Б.В. Петровского» Российской академии наук. 119991, Москва, Абрикосовский пер., д. 2

³ ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 119991, Москва, ул. Трубецкая, д.8, стр. 2

Бактериemia является важнейшим синдромом сепсиса, требующим безотлагательной микробиологической диагностики. Существующая лабораторная практика опирается исключительно на применение бактериологического метода исследования (БМИ), современная аранжировка которого предполагает использование бактериологических анализаторов, оптимизирующих режим получения гемокультур, требующих дальнейшей бактериологической диагностики (бактериологического подтверждения). Сроки получения диагностического заключения с применением БМИ составляют от 4 до 7 суток и, как правило, не отвечают требованиям клиники. Микроскопический метод исследования (ММИ), предполагающий обнаружение микроорганизма и его идентификацию непосредственно в исследуемом материале в несравненно более сжатые сроки, в диагностике бактериемии практически не применяется ввиду невысокой чувствительности и крайне низкой специфичности.

Цель исследования: изучение возможности применения сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в рамках диагностики бактериемии с помощью БМИ и ММИ.

Были исследованы материалы, полученные от 11 больных, демонстрировавших повышенный (≥ 2 нг/мл) уровень прокальцитонина – биологического маркера септических состояний. При этом, от 7 пациентов, составивших первую группу, были получены как образцы нативной крови, так и бактериологически подтвержденные гемокультуры, от 4 пациентов, составивших вторую группу, – лишь бактериологически неподтвержденные гемокультуры. Таким образом, все 11 пациентов были обследованы с помощью БМИ и 7 из них – также и с помощью ММИ. Гемокультуры были получены в результате посева венозной крови на гемосистему “Aerobic Plus” с последующим инкубированием в режиме анализатора “Bactec 9120” (“Becton Dickinson”, США). Образцы нативной крови пациентов отбирались в систему

“S-Monovette®” (“Sarstedt AG&Co”), содержащей антикоагулянт. Материал гемокультур и нативная кровь центрифугировались при 300g с целью осаждения тканевого детрита и разделения клеток крови и плазмы. Надосадочная жидкость, предположительно содержащая микроорганизмы, обрабатывалась полиэтиленгликолем молекулярной массой 6000 Da (“Serva”, Германия) с целью преципитации белков и, далее, осаждалась центрифугированием при 2000g. Полученный осадок ресуспендировался в дистиллированной воде, наносился тонким слоем на покровное стекло и высушивался при комнатной температуре и влажности. После напыления поверхности электропроводящим слоем золота (проба Au₉₉₉) толщиной 5 нм в напылительной установке “SPI MODULE Sputter Coater” (“Sputter SPEI”, США) образцы анализировались с помощью сканирующего двухлучевого ионно-электронного микроскопа “Quanta 200 3D” (“FEI Company”, США) в режиме высокого вакуума при ускоряющем напряжении 10-25 кВ.

Во всех 7 бактериологически подтверждённых гемокультурах были обнаружены микроорганизмы. При этом, если из каждой гемокультуры было выделено лишь по одному виду бактерий, СЭМ позволяла выявить в каждой из них от двух до четырёх морфотипов, один из которых, как правило, совпадал с морфотипом выделенной культуры (рис. 1а). Также микроорганизмы были обнаружены во всех 4 бактериологически неподтверждённых гемокультурах. Микроорганизмы различных морфотипов были обнаружены и в 4 из 7 изученных образцов плазмы крови (рис. 1б).

Таким образом, СЭМ может быть использована для диагностики бактериемии с помощью ММИ и БМИ. Оценка чувствительности и специфичности обоих методов с применением СЭМ требует дальнейшего уточнения.

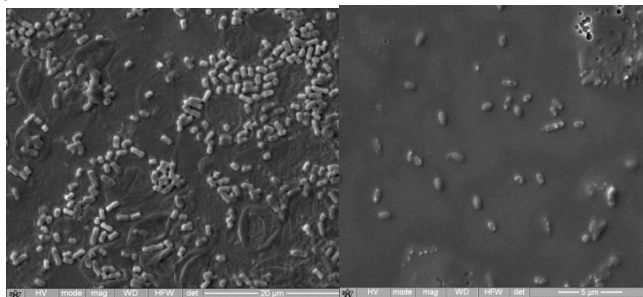


Рис. 1. Палочковидные бактерии и кокки в гемокультуре (а); палочковидные бактерии различных морфологических вариантов в плазме крови (б).

Электронно-микроскопическая характеристика диагностического значения флеботомии левой каудальной легочной вены белых крыс

С.В.Зиновьев, Н.Г. Плехова, И.В. Радьков

*ФГБОУ ВОТихоокеанский государственный медицинский университет Минздрава
России, Владивосток Острякова 2. Россия, 690002*

Легкие являются органом мишенью для шока и стресса, ввиду того что участвуют в нарушении реологических свойств эритроцитов крови [1,4]. Поэтому возникает необходимость поиска способов оценки микрореологических свойств внутрилегочной крови. В настоящий момент недостаточно изучены особенности строения и функции эритроцитов, которые содержатся в крови малого круга кровообращения у экспериментальных животных. Это обусловлено сложностями оперативного вмешательства и особенностями оперативного доступа, в случае исследования артериальной крови, которая циркулирует в легочных венах. Растровая электронная микроскопия (РЭМ) выступать в качестве метода, который позволяет исследовать микрореологические свойства внутрилегочной крови.

Цель исследования Электронно-микроскопическая оценка диагностического значения флеботомии каудальной легочной вены левого легкого крыс.

Материал и методы исследования. Объект исследования белые аутбредные крысы вес 280-330 грамм. Операцию флеботомии и забор легочной крови осуществляли из левой каудальной вены [2]. Легочную кровь собирали в пробирку с фиксирующим раствором 1% глутаральдегида, с помощью стеклянного шприца (1 мл) суспензию эритроцитов наносили на фольгу, и проводили через батарею спиртов, ацетон, подвергали критической сушке, напыляли золотом. Форму эритроцитов изучали под растровым электронным микроскопом S-3400 Hitachi, Япония.

Результаты нашего исследования показывают, что после флеботомии левой каудальной легочной вены можно собрать до 50 мкл. внутрилегочной крови крыс. Этого количества материала достаточно для того, что бы произвести исследование эритроцитов с помощью РЭМ. Во время исследования мы выявили основные типы кренирования эритроцитов. Мы изучили процентное содержание в легочной крови нормоцитов,

эхиноцитов, стомацитов, сфероцитов. В настоящее время недостаточно известно клинико-диагностическое значение флеботомии левой каудальной легочной вены белых крыс. По данным литературы изучено экспериментальное оперативное вмешательство левой каудальной легочной вены белых крыс [2,3,5]. По нашим данным РЭМ является способом, с помощью которого можно исследовать особенности строения и функций эритроцитов, которые содержатся в артериальной крови легочных вен крыс. Результаты исследования отличаются стабильностью, а именно не значительно зависят от оперативного вмешательства, которое происходит во время флеботомии. Это выгодно отличает РЭМ от функциональных способов оценки реологических свойств эритроцитов.

1. *Н.Н.Зайко, Ю.В.Быць, Н.В.Крышталь.* Патопфизиология. К.: Медицина, 2015. - 744 с.
2. *С.В.Зиновьев, С.С.Целуйко, С.С.Селиверстов* и др. Патент России 2617201. 2017. Бюл. № 12.
3. *В.М.Петренко.* Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. №10, 2013. С.414 -417.
4. Чазова И.Е., Мартынюк Т.В. Тихоокеанский медицинский журнал. 2017.4. С.6-16.
5. *Habertheuer A., Kocher A., Laufer G., P.Petzelbaueet all.* J. Surg. Res. 2013 .Vol. 185(1). P. 419-425.

Изучение морфологии спор *Brevibacillus laterosporus* с помощью электронной микроскопии

М.В. Зубашева¹, Т.А. Смирнова¹, Н.В. Шевлягина¹, В.Г. Жуховицкий^{1,2}

¹ ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н.Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, д. 18

² ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 119991, г. Москва, ул. Трубецкая, д. 8, стр. 2

Представители рода *Bacillus* привлекают внимание исследователей как продуценты биологически активных соединений. Ранее из природных источников нами был выделен штамм спорообразующих бактерий, отнесенный по морфологическим и культурально-биохимическим признакам к *Brevibacillus laterosporus* (BL). Природный изолят характеризовался множественной биологической активностью [1, 2, 3]. Отличительной особенностью бактерий этого вида является наличие канозвидного включения, образующегося внутри клетки и прикрепленного к одной стороне зрелой споры. У ряда бацилл (*B. megaterium*, *B. thuringiensis*, *B. cereus*) морфология споры может варьировать в пределах одного вида. В случае *B. laterosporus* нет достаточной информации о структуре, форме и размерах споры у разных штаммов. В связи с этим представлялось интересным провести исследование морфологических особенностей спор штамма *B. laterosporus* ATCC 55122. Штамм культивировали на плотной питательной среде NBY (0,8% питательного бульона Difco, 0,3% дрожжевого экстракта Difco, pH среды 7,0) при 37°C до окончания стадии споруляции (96 ч). Завершение спорообразования контролировали с помощью световой микроскопии. Полученную суспензию исследовали посредством просвечивающей (ТЭМ) и сканирующей (СЭМ) электронной микроскопии.

Ультратонкие срезы получали по методу, описанному ранее [4]. Препараты просматривали в электронном микроскопе CM12 (Philips, USA) при ускоряющем напряжении 80 kv.

Сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) проводили с помощью двухлучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, USA).

В исследованном препарате наблюдали покоящиеся споры и единичные вегетативные клетки (рис.1а). Зрелые споры имели складчатую поверхность (рис. 2а, б). Выявлялись пустые споровые оболочки (рис. 2б). У зрелых спор каноз имело слоистую структуру (рис.1а-г). Слои каноз были плотно уложены и по электронной плотности сходны со споровой оболочкой.

При сканирующей электронной микроскопии наблюдали споры овальной формы с морщинистой поверхностью, параспоральным включением в виде каноз, а также пустые споровые оболочки. Размер спор штамма ATCC 55122 варьировал от $1,31 \text{ мкм} \pm 0,3 \text{ мкм}$ до $1,94 \text{ мкм} \pm 0,3 \text{ мкм}$.

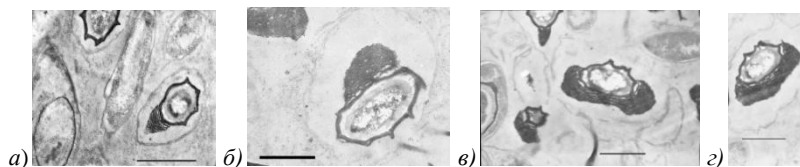


Рис. 1. Ультратонкие срезы штамма VL ATCC 55122: а) фрагменты вегетативной клетки и зрелая спора, увеличение $\times 17000$ (шкала – 1 мкм); б) в) г) спора в оболочке материнской клетки, увеличение $\times 17000$ (шкала – 1 мкм).

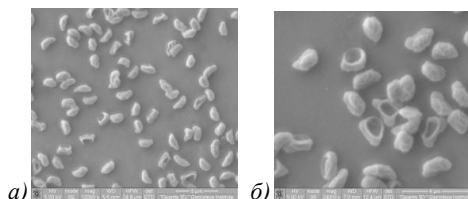


Рис. 2. Изображения СЭМ (Quanta 200 3D): а) покоящиеся споры *B. laterosporus* ATCC 55122; б) споры *B. laterosporus* ATCC 55122 со складчатой поверхностью и параспоральным включением в виде каноз и пустые споровые оболочки.

Из представленных данных видно, что клетки и споры штамма VL ATCC 55122 сходны по своей ультраструктуре с ранее изученными штаммами *B. laterosporus*. Однако на момент окончания культивирования (96 ч) споры штамма VL ATCC 55122 остаются в оболочке спорангия.

Штаммы *B. laterosporus* используются как антагонисты с широким спектром действия. Вероятно, нахождение зрелых спор штамма VL ATCC 55122 в споровой оболочке материнской клетки обеспечивает им дополнительную защиту от внешних факторов и усиливает проявление их антагонистических свойств. Такая природная инкапсуляция может сообщать штамму дополнительные преимущества в среде обитания.

1. Смирнова Т.А., Шамишина Т.Н., Константинова Г.Е., Ганушкина Л.А., Кузнецова Н.И., Николаенко М.А., Азизбекян Р.Р. Биотехнология, 1995, т.3-4, с.11-16.
2. Orlova M.V., Smirnova T.A., Ganushkina L.A., Yacubovich V.Y., Azizbekyan R.R. Appl. Environ. Microbiol., 1998, v.64, N.7, p.2723-2728.
3. Зубашева М.В., Ганушкина Л.А., Смирнова Т.А., Азизбекян Р.Р. Биотехнология, 2009, № 6, с. 38-48.
4. Смирнова Т.А., Шамишина Т.Н., Константинова Г.Е. и др. // Биотехнология, 1993, № 9, с. 11-19.

Электронно-микроскопический анализ кристалломорфологических картин в биологических жидкостях

А.И.ИВАНОВА¹, Л.А.КУРБАТОВА²

1 Тверской государственный университет г.Тверь, ул.Желябова,33

2 Тверской государственный медицинский университет г.Тверь, ул Советская, 4

В настоящее время электронная микроскопия нашла широкое применение в микробиологии и медицине [1-2]. Учеными Тверского государственного университета разработана серия методов кристалломорфологической диагностики ряда заболеваний. Сущность методов состоит в введении в одну из биологических жидкостей организма диагностического вещества – нингидрина (трикетогидринденгидрата), активно реагирующего на малейшие изменения в биологических жидкостях, а также образующего сложные формы кристаллов – вискеры, дендриты, сферолиты. Исходя из кристаллографических характеристик получаемых гранных форм и аморфных образований удалось создать систему, позволяющую дополнять и определять диагнозы заболеваний [3-4].

В настоящей работе проведен анализ кристалломорфологических картин основных органических компонентов операционной желчи с добавлением диагностического вещества нингидрина.

Микроморфологические исследования проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа JEOL 6610 LV с системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford INCA Energy 350.

Кристалломорфологическая картина исследуемой жидкости пациента, не страдающего желчно-каменной болезнью, представлена многочисленными кубическими кристаллами хлористого натрия размером от 1 до 15 мкм (анализ желчи показал повышенное содержание NaCl) и тонкими ромбическими кристаллами моногидрата холестерина в значительном количестве (рис.1 а), что указывает на потерю коллоидальной стабильности желчи. Широко представлены папоротникообразные дендриты солей (рис.1 б). На рисунке 2 (пациент с желчно-каменной болезнью) представлены сферолитоподобные формы и агрегаты кристаллов карбоната кальция различных полиморфных модификаций: арагонита, ватерита и кальцита, с преобладанием ватерита, что связано с присутствием известковых камней в желчи пациента.

Методом энергодисперсионного анализа установлены примеси в исследуемой желчи, в одной из проб отмечается повышенное содержание кальция, магния, кремния, калия, железа и алюминия, обусловленное наличием сложных холестерино-пигментно-известковых камней.

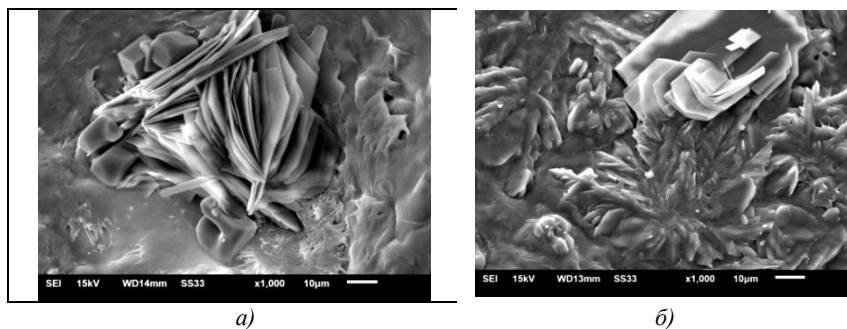


Рис. 1. Изображения СЭМ (JSM 6610LV): а) кристаллы холестерина в окружении монокристаллов NaCl, б) дендриты солей

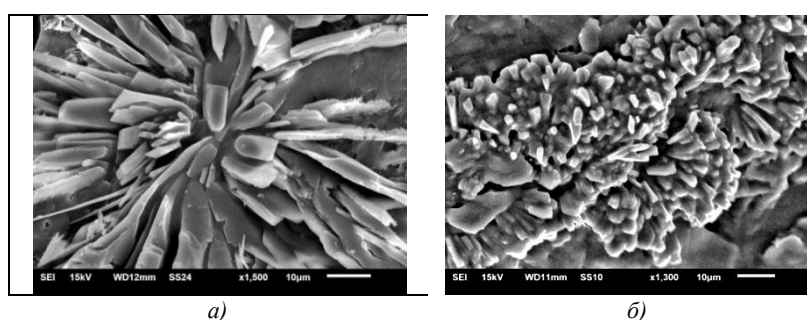


Рис. 2. Изображения СЭМ (JSM 6610-LV): а) сферолит карбоната кальция б) агрегат карбонатов кальция

1. *А.И.Андоюшкин, С.П.Сапожничко, А.В. Карлунина.* Кристаллография биологических жидкостей. Вестник ЧГУ, 2013, 3, 355–359.
2. *В.Д.Франке., А.Э.Глики, Е.Н.Котельникова, Ю.В.Плоткина, А.И.Шугаев, А.В. Козлов, Н.Н.Салихов.* Биоминералогия и кристаллогенезис желчных камней (обзор литературы). ЗРМО, 2008, 5.
3. *Л.А.Курбатова, М.Б.Петрова, Н.В.Павлова, В.Г.Шестакова.* Кристалломорфологическая диагностика заболеваний центральной нервной системы. // Естественное и гуманитарное. Томск, Сиб.ГУ, 2006, 3, 1, 47.
4. *Ю.М.Смирнов, Л.А.Курбатова.* Кристалломорфологический метод диагностики стадий варикозной болезни нижних конечностей. Вестник ТвГУ, Физика 2009, 3, 35-37.

Оценка морфофункциональных свойств уропатогенных штаммов *Escherichia coli* методом атомно-силовой микроскопии

А.В. Казанцев, П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, Н.А. Осина, А.С. Абдрашитова

*ФКУЗ Российский научно-исследовательский противочумный институт «Микроб»
Роспотребнадзора, г. Саратов, Россия*

Выявление и характеристика поверхностных структур микроорганизмов является одним из важных аспектов при изучении взаимодействия патогена с макроорганизмом. Одним из современных методов, применяемых в данном направлении, является атомно-силовая микроскопия (АСМ), использование которой привело к существенным успехам в области изучения морфофункциональных свойств бактериальных клеток, образуемых ими биопленок, силового взаимодействия антиген-антитело и т.д.

Целью данной работы являлось изучение морфофункциональных свойств уропатогенных штаммов *E. coli* методом атомно-силовой микроскопии.

Культуры *E. coli* были выделены из клинического материала (мочи) от пациентов с симптомами инфекций мочевыводящих путей.

Культуры бактерий фиксировали 2,5% раствором глутарового альдегида, в соответствии с МУ 1.3.3103-13. Морфологические и адгезионные свойства клеток *E. coli* оценивали с применением атомно-силового микроскопа Solver P47-PRO («NT- MDT», Россия) в режимах прерывистого и непрерывного контакта. Обработку и анализ изображений проводили с использованием программ «Nova» («NT-MDT», Россия) и «Image Analysis». Статистическую обработку результатов проводили с помощью программных пакетов MS Office не менее, чем по 20 значениям, полученным в эксперименте.

Оценку морфофункциональных свойств определяли на основе трех количественных показателей – средней арифметической, среднеквадратичной шероховатости поверхности клеток и силы адгезии к покровному стеклу. Выбор указанных показателей объяснялся тем, что параметр шероховатости напрямую связан с адгезивными свойствами патогена, которые могут влиять на патогенность микроорганизма вследствие увеличения вероятности его прикрепления к поверхности

клеток эпителия макроорганизма (адгезия) и их колонизации (размещение на поверхности).

Анализ 52 штаммов *E.coli* показал возможность их разделения на 3 группы.

К первой группе отнесли ряд штаммов, имеющих низкую среднюю арифметическую шероховатость в диапазоне 20-35 нм, малую силу адгезии 2-4 нН (34 штамма). Ко второй группе были отнесены штаммы с высокой средней арифметической шероховатостью в пределах 35-45 нм и высокой силой адгезии 4-5 нН (13 штаммов).

Третья группа (5 штаммов) характеризовалась низкой средней арифметической шероховатостью (20-35 нм) и высокой силой адгезии (4-5 нН).

При этом, значения показателя шероховатости последней группы штаммов коррелировали с данными, полученными для первой группы, а адгезивные свойства соотносились со второй группой.

Таблица 1. Морфофункциональная характеристика уропатогенных штаммов *E. coli*

Группа	Шероховатость	Сила адгезии	Кол-во штаммов
I	20-35 нм	2-4 нН	34
II	35-45 нм	4-5 нН	13
III	20-35 нм	4-5 нН	5

Представляют интерес уропатогенные штаммы *E. coli* второй группы, характеризующиеся высокой шероховатостью поверхности и силой адгезии, которые могут способствовать увеличению способности микроорганизма к адгезии и колонизации клеток эпителия мочевыводящих путей.

В дальнейшем планируется изучить взаимосвязь между наличием пилей адгезии и морфофункциональными, в том числе адгезивными, свойствами бактерий с учетом диагноза заболевания.

Ультраструктура адренкортикоцитов при профилактическом применении низкоинтенсивного электромагнитного излучения в условиях радиации

Ю.Н.Королев, М.С. Гениатулина, Л.А.Никулина

ФГБУ «НМИЦ реабилитации и курортологии» МЗ России, Москва, Новый Арбат, д.32

В настоящей работе изучали ультраструктурные регенеративно-адаптационные изменения в адренкортикоцитах (АКЦ) пучковой зоны надпочечников крыс при первично-профилактическом действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ) в условиях радиации. Исследования проводили на белых беспородных крысах-самцах массой 180-200г. До радиационного облучения проводили курс воздействия ЭМИ СВЧ (10 процедур) на поясничную область животных от аппарата «Акватон-2» (плотность потока мощности меньше 1 мкВт/см^2 , частота около 1000 МГц, время воздействия 2 минуты). После окончания курса процедур животные подвергались однократному радиационному облучению от аппарата «АГАТ-Р» (Онкологический научный центр им. Н.Н. Блохина) гамма лучами ^{60}Co в дозе 2 Гр. Контрольную группу составляли животные, которые подвергались «мнимому» воздействию фактора (аппарат не включали) с последующим радиационным облучением. Забой животных проводили на следующий день после радиационного воздействия. Для электронномикроскопического исследования семенники фиксировали в 4% параформальдегиде на фосфатном буфере (рН 7,4), постфиксировали в 1% OsO_4 на том же буфере. На полутонких срезах (1 мкм) определяли и затачивали блоки на пучковую зону надпочечников. Исследование образцов проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeiss SMT Technology system Division, включающей в себя как режим трансмиссионного исследования, так и математическую обработку внутриклеточных элементов. Проводили подсчет светлых и темных АКЦ, в светлых АКЦ проводили морфометрический анализ митохондрий (количество, средняя и суммарная их площади, а также количество крист).

Установлено, что действие радиации (контрольная группа) изменяло соотношение светлых и темных АКЦ по сравнению со здоровыми животными: количество светлых функционально более активных клеток уменьшалось на 28,5% ($p < 0,05$), а число темных проявляло только

небольшую тенденцию к увеличению. Ультраструктурные изменения были более выражены в светлых АКЦ и проявлялись в виде дистрофических изменений митохондрий (очаговый лизис крист, просветления матрикса, нарушения структуры наружной мембраны), просветлении содержимого липидов и их слиянии в более крупные образования неправильной формы, расширении просветов цистерн гладкого эндоплазматического ретикулума и диктиосом аппарата Гольджи. При морфометрическом анализе митохондрий установлено снижение их количества, а также средней и суммарной площади. Из этих данных следует, что действие радиации вызывало угнетение биоэнергетических и регенераторно-пластических реакций.

При профилактическом применении ЭМИ СВЧ снижался уровень пострадиационных нарушений в АКЦ и повышалась активность процессов внутриклеточной регенерации. При этом происходило достоверное увеличение числа светлых АКЦ на 35,0% и снижение темных АКЦ на 23,7% по сравнению с контрольной группой (радиационное облучение). По-видимому, это было связано с переходом темных клеток в светлые, что может указывать на усиление их функциональной активности при действии ЭМИ СВЧ. Морфометрический анализ митохондрий выявил достоверное увеличение средней и суммарной их площади ($p < 0,01$), а также достоверное повышение числа крист ($p < 0,01$). Это свидетельствовало об усилении внутриорганойдной регенерации митохондрий, тогда как органоидная регенерация (численность митохондрий) практически не изменялась. Признаков дистрофических изменений со стороны митохондрий, какие были отмечены в контроле, не наблюдалось. В отдельных АКЦ возрастало содержание рибосом и полисом. Липиды были в основном округлой формы и имели повышенную электронную плотность как у здоровых (интактных) животных. Отмечалась также гиперплазия гладкой эндоплазматической сети.

Таким образом, профилактическое применение ЭМИ СВЧ повышало устойчивость внутриклеточных структур АКЦ пучковой зоны надпочечников к действию радиации и ослабляло выраженность пострадиационных нарушений. Можно полагать, что это происходило за счет развития структурно-адаптационных перестроек со стороны митохондрий и других органелл, которые во многом были обусловлены антиоксидантным и мембраностабилизирующим действием ЭМИ СВЧ.

Ультроструктурные изменения в клетках Сертоли и сперматогониях при действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения в условиях радиации

Ю.Н.Королев, М.С. Гениатулина, Л.А.Никулина

ФГБУ «НМИЦ реабилитации и курортологии» МЗ России, Москва, Новый Арбат, д.32

В данной работе изучалось действие радиационного облучения на ультроструктуру клеток Сертоли и сперматогониев и особенности их регенерации при лечебном применении низкоинтенсивных электромагнитных излучений сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ). Эксперименты проведены на белых беспородных крысах-самцах, которых подвергали однократному радиационному облучению на аппарате АГАТ-Р гамма-лучами ^{60}Co в дозе 2 Гр. с последующим действием ЭМИ СВЧ (аппарат «Акватон-2», ППМ – меньше 1 мкВт/см^2 , частота около 1000 МГц, всего на курс 10 процедур, время воздействия 2 мин.). Для электронномикроскопического исследования семенники фиксировали в 4% параформальдегиде на фосфатном буфере (рН 7,4), постфиксировали в 1% OsO_4 на том же буфере. После стандартного обезвоживания образцы заключали в смесь эпон-аралдит. Исследование образцов проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeiss SMT Technology system Division, включающей в себя как режим трансмиссионного исследования, так и математическую обработку внутриклеточных элементов. При морфометрическом анализе подсчитывали количество, среднюю и суммарную площади митохондрий в клетках Сертоли, количество сперматогониев типа А (менее зрелые/прогениторные клетки) и тип В (более зрелые популяции), количество этих клеток с различным содержанием рибосом и гранулярного эндоплазматического ретикула.

Исследования показали, что через месяц после действия радиации выявлялись отечность и утолщение собственной оболочки семенных канальцев, а также мелкие очаги отечной жидкости между клетками и базальной мембраной. В клетках Сертоли отмечалась дегрануляция и фрагментация гранулярного эндоплазматического ретикула, расширение просветов цистерн, при слиянии которых образовывались вакуоли разных размеров. Средняя и суммарная площади митохондрий достоверно уменьшались, в отдельных митохондриях наблюдались явления деструкции. Общее число сперматогониев оказалось резко сниженным за

счет уменьшения числа сперматогониев типа А; число сперматогониев типа В, наоборот, возрастало, что приводило к дисбалансу в содержании этих клеток. Можно полагать, что увеличение числа сперматогониев типа В связано с нарушением процессов их созревания и дифференцировки в гаплоидные клетки. В сперматогониях обоих типов уменьшалось содержание рибосом и полисом, отмечалось расширение перинуклеарного пространства и просветов гранулярного эндоплазматического ретикулама, наблюдались дистрофические изменения отдельных митохондрий. Все эти данные свидетельствовали о нарушении процессов клеточной и внутриклеточной регенерации.

При применении ЭМИ СВЧ явления отека и деструкции органелл в семенных извитых канальцах значительно ослаблялись. В клетках Сертоли отчетливо усиливались процессы внутриклеточной регенерации: достоверно увеличивались количество, средняя и суммарная площади митохондрий, возрастало содержание крист. В отдельных участках цитоплазмы наблюдалась пролиферация новых мембран гранулярного эндоплазматического ретикулама, а также гиперплазия рибосом и полисом. Анализ сперматогоний показал достоверное увеличение их количества, а также улучшение процентного соотношения между сперматогониями обоих типов, что может свидетельствовать о процессах восстановления резерва сперматогониев типа А и повышении уровня дифференцировки сперматогониев типа В. При этом, как и в клетках Сертоли, снижалась степень повреждения внутриклеточных органелл, повышалось количество, средняя и суммарная площадь митохондрий, возрастало число рибосом и полисом, отмечались явления пролиферации гранулярного эндоплазматического ретикулама.

Таким образом, применение низкоинтенсивного ЭМИ СВЧ ослабляло степень пострadiационных нарушений в клетках Сертоли и сперматогониях и способствовало усилению процессов клеточной и внутриклеточной регенерации. Более выраженное развитие внутриклеточной регенерации происходило в клетках Сертоли. В сперматогониях эта форма регенерации проявлялась несколько слабее, но при этом она сочеталась с активацией клеточной регенерации, что приводило к повышению численности резерва стволовых/прогениторных клеток.

Особенности ультраструктуры хлоропластов в клетках перикарпия *Malus Mill. (Rosaceae)*, произрастающих в горах

Т.Х. Кумахова

РГАУ–МСХА имени К.А. Тимирязева, Москва, Россия

Хлоропласты – высокоспециализированные компартменты растительных клеток, функционально связанные с важнейшим процессом жизнеобеспечения – фотосинтезом. Следует отметить, что сведения имеющиеся в литературе в настоящее время посвящены хлоропластам основного фотосинтетического органа – листа. Между тем, репродуктивные органы растений (плоды), особенно на ранних этапах развития способны к фотосинтезу. При этом, отмечается, если интенсивность фотосинтеза в листьях по каким-либо причинам снижается, то его скорость в плодах значительно увеличивается и может стать больше обычной [1].

Целью данной работы было изучение ультраструктуры хлоропластов в клетках перикарпия *Malus Mill.*, произрастающих в горных условиях.

Образцы из области экватора плода для электронно-микроскопических исследований фиксировали по модифицированной методике [2]. Анализ ультратонких срезов проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-1400 (Япония).

Электронно-микроскопические исследования перикарпия *Malus Mill.* показали, что популяции хлоропластов сосредоточены в субэпидермальном слое. Их особенность – гранальная структура, пристеночное положение, а также контакты между собой и с другими органеллами (рис. 1, А, Б). Часто хлоропласты располагаются рядом с митохондриями и пероксисомами, образуя «триады», что является показателем интенсивного обмена веществ между ними. В строении молодых хлоропластов отмечаются более рыхлые области локализации молекул птДНК – «нуклеоиды», а также многочисленные картины деления. Наряду с зернами крахмала, хлоропласты содержат пластоглобулы, содержащие резервный пул липидов и белковые кристаллы ферритина. Накопление ферритина в тканях растения рассматривается как один из ключевых механизмов поддержания внутриклеточного гомеостаза железа, необходимого для биохимических процессов и защиты метаболизма от окислительного стресса [3]. Кроме того, в люмене мембран тилакоидов некоторых хлоропластов обнаруживается электронно-плотный материал

полифенольной природы. Таким образом, выявленные особенности в ультраструктуре хлоропластов плодов *Malus Mill.*, свидетельствуют об их участии в метаболических процессах, необходимых для обеспечения жизнедеятельности клеток перикарпия в суровых горных условиях.

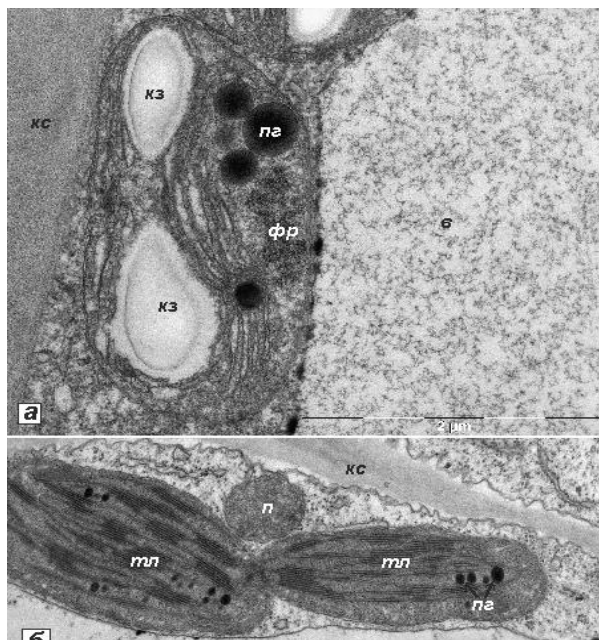


Рис. 1. Изображения ПЭМ (JEM 1400): (А, Б) хлоропласты в клетках гиподермы перикарпия *Malus Mill.* Обозначения: в-вакуоли, кз-крахмальное зерно, кс – клеточная стенка, п-пероксисома, пг-пластоглобула, тл-тилакоиды, фр – ферритин.

1. *Кумахова Т.Х., Булычев А. А., Крупенина Н. А., Пикуленко М. М.* Активность фотосинтетического аппарата как маркер структурно-функциональных изменений клеток растений при адаптации к горным условиям на примере плодов яблони // Доклады ТСХА. 2008. Вып. 280. С. 122-126.
2. *Т.Х. Кумахова, А.П. Меликян* Ультраструктура кутикулы плодов *Malus domestica (Rosaceae)*. Бот. журн. 1989. Т. 74. № 3. С 328-332.
3. *Н.И. Шевякова, В.В. Кузнецов и др.* Экспрессия гена ферритина у растений *Mesembryanthemum crystallinum* при различном снабжении железом и различной интенсивности окислительного стресса // Физ. раст. 2011. Т. 58. № 5. С. 664-672.

Различие морфометрических параметров и ультраструктурной организации клеток химерных бластоцист, полученных методами инъекции или агрегации с эмбриональными стволовыми клетками

Л. А. Сульдина¹, Е.А. Кизилова¹, К.Н. Морозова¹, Е.В. Киселева¹.

¹*Институт цитологии и генетики СО РАН, г. Новосибирск, Россия*

Исследование химерных животных позволило изучить механизмы дифференцировки клеток и оценить функциональную роль многих генов в раннем развитии организмов [1]. Инъекция эмбриональных стволовых клеток (ЭСК) в ранний эмбрион млекопитающих, либо их агрегация с двумя 8 клеточными бластомерами широко используются для получения химерных организмов. Известно, что метод инъекции ЭСК иногда оказывается более эффективным по сравнению с методом агрегации с ними. В настоящей работе с использованием просвечивающей электронной микроскопии и морфометрического анализа был проведен сравнительный анализ структурной организации клеток внутренней клеточной массы (ВКМ) и трофобласта (ТБ) химерных эмбрионов мыши, полученных инъекцией ЭСК в полость бластоцисты или их агрегацией с клетками 8-клеточной морулы. В экспериментах использовали морулы 2,5 *dpc* (*days post coitum*), бластоцисты 3,5 *dpc* мышей линии *C57Bl* и ЭСК линии *D3*, маркированные *GFP* [2,3], что позволило оценить эффективность их интеграции в эмбрион с помощью флуоресцентной микроскопии. Исследовались проходящие через центр эмбриона полутонкие и ультратонкие срезы 6-и случайно выбранных бластоцист, контролем служили эмбрионы, уколотые либо полученные методом агрегации без ЭСК.

При инъекции ЭСК в бластоцель среднее число клеток ВКМ увеличивалось по сравнению с контролем в 2 раза при сохранении средней площади клеток. Среднее число клеток мурального ТБ увеличивалось в 1,5 раза, а средняя площадь этих клеток уменьшалась в 2 раза. В экспериментах с бластоцистами, полученными методом агрегации, при 2-х кратном увеличении среднего числа клеток ВКМ, их средняя площадь не отличалась от контроля. При этом, среднее число клеток мурального ТБ уменьшалось в 1,3 раза по сравнению с контролем. Также уменьшалась средняя площадь клеток как полярного, так и мурального трофобласта в 1,5 и в 1,3 раза соответственно. Таким образом, динамика параметров клеток

ВКМ была схожей в химерных эмбрионах при использовании обоих методов их получения, однако, в соотношении среднего числа и площади клеток полярного и особенно мурального ТБ показатели существенно отличались. В агрегационных контрольных и экспериментальных эмбрионах варьирование параметров клеток ТБ было выше по сравнению с инъекционными.

Ультраструктурный анализ показал, что в контрольных и инъекционных химерных бластоцистах клетки ВКМ состоят из 2-х типов: удлинённых клеток на поверхности ВКМ, обращенной в бластоцель; и округлых клеток внутри ВКМ. Все клетки ВКМ имеют ядро с плотным ядрышком и цитоплазму со средней плотностью органелл. Клетки полярного и мурального трофобласта отличаются от клеток ВКМ по присутствию в цитоплазме включений аморфного материала, предположительно гликогена. В ВКМ бластоцист, полученных агрегаций с ЭСК, также наблюдаются две группы клеток. При этом скопления округлых клеток были полностью окружены удлинёнными клетками. Установлено, что клетки мурального ТБ в агрегационных бластоцистах содержат меньшее количество скоплений аморфного материала, чем клетки ТБ инъекционных бластоцист, а часть из них имеет морфологическое сходство с клетками ВКМ. Полученные данные позволяют предполагать, что в условиях агрегации присутствие ЭСК замедляет дифференцировку клеток трофобласта.

Морфология ЭСК, выявляемых в составе ВКМ инъекционных и агрегационных бластоцист, схожа с типичной для плюрипотентных клеток и характеризуется крупным ядром и низкой плотностью органелл в цитоплазме. Таким образом, ЭСК, оказавшись в развивающемся эмбрионе, за то, время (24 часа), которое химерный эмбрион культивируется в условиях *in vitro*, сохраняют характерную для них морфологию, но уже способны оказывать влияние на формирование бластоцист, в частности, на строение клеток трофобласта эмбрионов, полученных методом агрегации.

1. S. Eckard *et al.* Cell Cycle. – 2011. – Т. 10. – №. 13. – С. 2091-2099.
2. T. C. Doetschman *et al.* Development, 1985, 87(1), 27-45.
3. N.M. Matveeva, *et al.* Mol Reprod Dev, 2005, 71(3), 305-314.

Трехмерная организация ядрышкового домена в пространстве соматического ядра инфузории *Didinium nasutum* и локализация ключевых ядрышковых белков в нём

О.Г.Леонова¹, Б.П.Караджян², С.О. Скарлато², В.И.Попенко¹

¹ Институт молекулярной биологии им. В.А. Энгельгардта РАН, г. Москва, Россия

³ Институт цитологии РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

Ядрышко – одна из наиболее изученных структур эукариотического ядра. Помимо основной функции – биосинтеза рибосом, ядрышко участвует во многих других процессах клетки [1,2]. Интерфазное ядрышко эукариот формируется вокруг кластеров рибосомных генов, или ядрышковых организаторов. Электронно-микроскопически в функциональных ядрышках высших эукариот на ультраструктурном уровне выявляются три основных компартмента: фибриллярные центры (ФЦ), плотный фибриллярный компонент (ПФК) и гранулярный компонент (ГК).

Инфузории являются уникальными одноклеточными организмами. Каждая клетка инфузорий содержит ядра двух типов: активные соматические ядра – макронуклеусы и транскрипционно неактивные генеративные ядра – микронуклеусы. В инфузориях ядрышки располагаются в макронуклеусах и имеют разнообразную морфологию. В определенной степени это может быть связано с особенностями организации генома макронуклеуса, который, в отличие от генома высших эукариот, представлен набором относительно коротких молекул ДНК. В видах инфузорий с геномным размером ДНК молекулы макронуклеарной ДНК имеют размеры от 0.5 до 25 т.п.н., а с субхромосомным размером генома – от нескольких десятков до нескольких сотен т.п.н. Локализация ключевых ядрышковых белков подробно изучена с помощью иммуноэлектронной и конфокальной микроскопии в компартментах ядрышек высших эукариот [1, 2]. Однако для ядрышек инфузорий такие данные практически отсутствуют.

В данной работе исследования проводились на инфузориях *Didinium nasutum*, геном макронуклеуса которых представлен молекулами ДНК субхромосомного размера. С помощью ультратонких срезов и трехмерной реконструкции структур на основе серийных ультратонких срезов показано, что по морфологии ядрышки *D.nasutum* можно разделить на две фракции. Минорная фракция (менее 2% от общего объема ядрышек макронуклеуса) представлена мелкими ядрышками, которые имеют размер менее 1 мкм и состоят только из фибриллярного компонента. Основная часть ядрышек *D.nasutum* имеет значительно большие размеры. Они имеют инвертированное

(по сравнению с "классическими" ядрышками высших эукариот) расположение компонентов: фибриллярный материал обычно образует сгустки - трабекулы на периферии ядрышка, а центральная часть неравномерно заполнена гранулярным материалом [3].

С помощью конфокальной микроскопии и специфических антител в ядрышках *D.nasutum* была исследована локализация трех ядрышковых белков: аргентофильных белков нуклеолина (С23) и нуклеофозмина (В23, NPM1), а также фибрилларина – одного из эволюционно-консервативных белков, гомологи которого присутствуют в клетках разных видов от архебактерий до человека. У высших эукариот фибрилларин участвует в метилировании и процессинге пре-рРНК и располагается в ПФК ядрышка. Нуклеофозмин является одним из основных белков ГК ядрышек, хотя в значительном количестве он присутствует в ядре, а в следовых – в цитоплазме. Нуклеолин – многофункциональный белок, который локализуется в основном в ПФК и в меньшей степени в ГК ядрышек и нуклеоплазме.

Результаты наших исследований показали, что в ядрышках *D.nasutum* фибрилларин располагается по периферии инвертированных ядрышек, в области фибриллярного компонента. При использовании антител к нуклеолину равномерно интенсивно окрашивалась область расположения фибриллярного компонента и, в некоторых случаях, центральная часть ядрышка. Антитела к нуклеофозмину окрашивали центральную часть инвертированных ядрышек, соответствующую гранулярному материалу, но не зону фибриллярного компонента.

Полученные результаты хорошо соответствуют данным трехмерной реконструкции на основе серийных электронно-микроскопических срезов, которая показала, что ядрышки *D.nasutum* представляют собой сложные структуры: фибриллярный компонент в пространстве макронуклеуса образует разветвленную сеть, внутри которой расположен гранулярный компонент. Хроматиновые тельца, которые могут исполнять роль ядрышковых организаторов, располагаются снаружи ядрышковых сетей, по периферии фибриллярного компонента [3, 4]. В таких ядрышках вектор процессинга рРНК направлен не так, как в «классических» ядрышках высших эукариот, а извне, от периферии ядрышка к его центру, где расположен гранулярный компонент.

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

M. Carmo-Fonseca, L. Mendes-Soares, I. Campos. Nat. Cell Biol., (2000), 2, E107–E112.

D. Hernandez-Verdun., P. Rousse, J. Gebrane-Younes. J. Cell Sci., (2002), 115, 2265–2270.

O.G. Leonova, B.P. Karajan, Y.F. Ivlev, J.L. Ivanova, V.I. Popenko. Protist, (2006), 157, 391-400.

О. Г. Леонова, Б. П. Караджян, Ю. Ф. Ивлев, Ю. Л. Иванова, В. И. Попенко. Молекулярная биология, (2012), 46, 242-245.

Применение криофиксации для подготовки водорослей к исследованию методом сканирующей электронной микроскопии

С.Е. Мазина^{1,2}, Д.В. Шушпанова², Е.В. Козлова², А.В. Боков¹

1 Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Россия,

2 Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет дружбы народов» 115093, Подольское шоссе, д.8, к.5, Москва, Россия

Метод сканирующей электронной микроскопии широко используют для анализа поверхности различных водорослей и цианобактерий. Особенно информативен он для объектов, имеющих сложную морфологию поверхности, например, диатомовых водорослей. Своеобразное строение клеток, а именно наличие панцирей из диоксида кремния, со сложной скульптурой поверхности, предопределило использование для идентификации видовой принадлежности водорослей структуры панциря и характера его орнамента. Для изучения створок диатомей разработаны специальные методы их очистки от протопластов, в частности, длительное кипячение в перексиде водорода.

В последние годы много внимания уделяется изучению биоразнообразия интерфейсов, для которых характерно развитие сообществ обрастаний, биопленок, матов. Методы исследования определяются широким спектром задач, от анализа структуры сообществ и идентификации видов, до попыток воспроизвести биопленки в условиях *in vitro*. Сканирующая микроскопия, особенно при исследовании микробно-водорослевых матов непосредственно из природных условий, позволяет получить ценную информацию о структуре микробиоты и представленности отдельных видов в сообществе, а также дать сведения, полезные для идентификации видов и оценки их экофизиологических особенностей. Далеко не все виды, присутствующие в сообществе, успешно культивируются. Некоторые виды зеленых водорослей идентифицируют с применением сканирующей электронной микроскопии для анализа поверхности клеток. При этом возникают сложности, связанные с сохранностью клеток при фиксации и подготовке препарата для микроскопии. Существуют методы, направленные на успешное сохранение формы растительных клеток, имеющих крупные размеры. Как правило, это способы фиксации с последующим высушиванием в критической точке, либо методы замораживания с последующим вакуумно-криогенным высушиванием. При небольших размерах клеток иногда применяют способы фиксации в парах четырехоксида осмия, и высушиванием на воздухе.

Фиксация биопленок в жидкостях может приводить к полному или частичному разрушению биопленки, однако в ряде случаев такая фиксация обоснована, например, при необходимости удалить слизистые чехлы и исследовать поверхность клеток. Возможно применение специальных приемов для сохранения структуры матов - при сборе биопленок из природных условий их переносят на ядерные фильтры или плотные подложки и хранят во влажных камерах до момента фиксации, которую проводят, не отделяя биопленку от подложки. При необходимости зафиксировать биопленки или сообщества обрастаний, культивируемые на агаровой среде, удобно проводить фиксацию вместе с небольшим участком культуральной среды.

Ряд фиксаторов успешно применяют для стабилизации мембранных компонентов клеток. Они могут быть использованы и в случае фиксации водорослей и цианобактерий, а также биопленок, для сканирующей микроскопии. В первую очередь это глутаровый альдегид, четырехокись осмия и уранилацетат, их водные растворы используют для фиксации биопленок непосредственно в момент отбора пробы.

Одной из удачных модификаций фиксации сообществ обрастаний является метод криофиксации в жидком пропане. В этом случае металлический сосуд погружают в емкость с жидким азотом и охлаждают, а внутрь сосуда накачивают газ пропан, который сжижается при низкой температуре. Далее биопленку погружают в сосуд с пропаном, где происходит мгновенное замораживание образца. После этого его можно хранить в жидком азоте либо сразу подвергнуть вакуумно-криогенному высушиванию. Высушенный образец монтируют на столик, напыляют по стандартной методике и просматривают в микроскопе.

При необходимости выделить клетки из состава биопленки после ее криофиксации в пропане, объект переносят в охлажденный до -90°C ацетон, температуру ацетона постепенно повышают до комнатной в течение 4-5 часов, по окончании размораживания интенсивно промывают материал в избытке ацетона. Далее материал высушивают в установке сушки в критической точке с промежуточной жидкостью ацетоном.

В случае необходимости разморозить биопленку после криофиксации, желательнее проводить размораживание в течение длительного времени, укладывая образцы на лед из насыщенного раствора уранилацетата в 96% спирте, постепенно повышая температуру. Такой способ способствует сохранности клеток и структуры биопленок. Далее рекомендуется проводить стандартную процедуру обезвоживания и высушивать образец в установке для высушивания в критической точке из спирта или ацетона.

Описанные способы позволяют добиться хорошей сохранности клеток и биопленок для успешного анализа их поверхности.

Эжекция фаговой ДНК через отросток под действием формамида.

Манькин А.А., Лисицын Ф.В.

ФГБУ ФНИЦЭМ им Н.Ф. Гамалеи Минздрава России, Москва.

Механизм выхода ДНК из головки фагов при инфицировании бактерии, до последнего времени, не был достаточно хорошо исследован. Основная причина в том, что процесс протекает быстро в естественных условиях, а методы подготовки препаратов для электронной микроскопии не позволяют адекватно изучить физику процесса. Одним из перспективных подходов, позволяющих исследовать эжекцию заключается в использовании веществ, стимулирующих этот процесс в условиях *in vitro*. Настоящая работа посвящена изучению воздействия формамида на процесс эжекции. Известно, что формамид является реагентом разрушающим водородные связи в нуклеиновых кислотах и в комплексах нуклеиновых кислот с белками. В работе был использован бактериофаг Сд (Рис. 1) ресуспендированный в аммонийно-ацетатном буфере 0,5 М с 1 mM ЭДТА (рН 7.0). Суспензию бактериофага смешивали с формамидом фирмы «Мерк», так, что концентрация вируса в суспензии была $1 \cdot 10^{10}$ частиц в мл и готовили препараты для электронной микроскопии с использованием белка цитохром С. При анализе микрофотографий было установлено, что основная масса фаговых частиц (более 80%) эжектировала ДНК под действием формамида через отросток (Рис. 2). При этом исходная суспензия содержала 4% «фаговых теней»; количество фаговых частиц ДНК, которых освободилось в результате разрушения головки, определяемых по характерному виду головки, составляло 7%, а количество частиц, которые неэжектировали ДНК - 9%. Максимальная длина полной молекулы ДНК, вышедшей из фага Сд оказалась равна 24мкм, что соответствует полногеномной. Анализ препаратов показал четкую связь выходящей ДНК с отростком и разную длину выходящей части ДНК. С другой стороны, в том же материале, приготовленном по методике негативного контрастирования можно было легко идентифицировать внутри головки у фаговых частиц тороидальные структуры с различным внутренним диаметром. Мы считаем, что эжектирующее действие формамида связано с разрушением запирающего устройства в отростке и разрушением комплекса ДНК с внутрифаговыми белками и полиаминами скрепляющими упаковку и в результате ДНК получает возможность

выхода наружу. Существенное замедление выхода не укладывается в гидродинамическую схему, объясняющую процесс эжекции у бактериофагов, что указывает на особый характер воздействия формамида на упаковку ДНК в головке. Тороидальные структуры, обнаруженные внутри головок, при адсорбции фагов Сд на бактериальных оболочках представляют собой ДНК, которые по мере выхода дезорганизируются и упаковка в виде катушки переходит в тор, который мы наблюдаем в виде той или иной проекции. Итак, приведенные результаты по электронно-микроскопическому исследованию структуры внутрифаговой ДНК показывают, что конформационный переход упаковки ДНК из формы катушки в тороидальную является стадией разупорядычивания интактной укладки внутрифаговой ДНК и вероятно необходим, для выполнения кинетической функции последней (эжекции).



Рис. 1. Негативное контрастирование бактериофага Сд 1% водным р-ром уранилацетата. На левой частице в направлении 2 часа виден короткий отросток, на правой частицы в направлении 11 часов визуализирован отросток фаговой частицы.

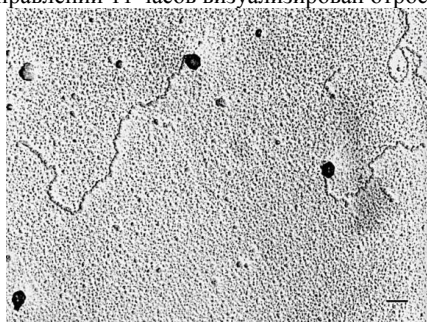


Рис. 2. Препарат суспензии бактериофага Сд после обработки формамидом и приготовленный по методике белковой пленки цитохрома С. На фаговых головках в середине фотографии четко различимы выходящие нити ДНК разной длины, а нижней левой части рисунка обнаруживается частица у которой отсутствует выход ДНК из головки.

Применение аналитического РЭМ для выявления кристаллоносных клеток в тканях растений и определения их элементного состава

С.М. Мотылева

ФГБГУ «Всероссийский селекционно-технологический институт садоводства и питомниководства», 115598, г. Москва, Загорьевская 4, Россия

Отложения кристаллов оксалата кальция в клетках характерны для многих видов высших растений и обнаруживаются в большинстве тканей и органов. Ультраструктурный анализ показал, что процесс биоминерализации не является простым случайным физико-химическим осаждением эндогенно синтезированной щавелевой кислоты и экологически производного Са. Кристаллы формируются определенных форм и размеров. Генетическая регуляция образования СаОх показана постоянством морфологии кристаллов в пределах вида, специализацией клеток и замечательной координацией роста кристаллов и расширения клеток. (Vincent. Paul, 2005). Главные функции образования кристаллов СаОх в растениях регулирование обмена кальция и защита от стрессов биогенного характера.

Были исследованы минеральные включения в проводящей системе иммунных и устойчивых к парше сортов яблони.

На поперечных срезах в клетках паренхимы сосудистых пучков иммунных сортов обнаружены включения двух типов – округло-звездчатой формы и ромбические, в жилках устойчивых сортов преимущественно округло-звездчатые включения (рис.1).

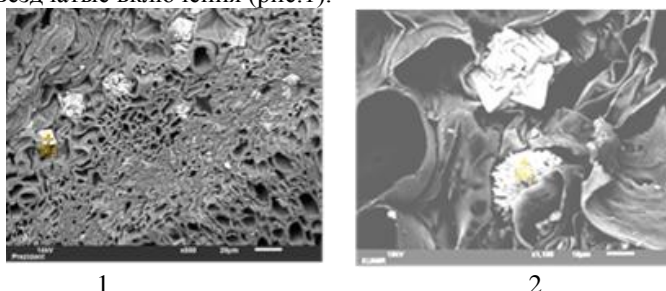


Рис. 1 . Изображения РЭМ (JEOL JSM 6010LA) кристаллов в проводящей системе (черешок) листа яблони: 1 – Валюта, иммунный к парше сорт; 2 – Президент, устойчивый к парше сорт 1

Локальный химический анализ (ЭДС-анализ) показал, что включения содержат 5,9 – 8,3 масс % кальция; 0,34 - 0,38 масс % калия и 0,03 – 0,07 масс % серы, фосфора, магния и натрия. Включения ромбической формы содержат кальция в 3 раза больше, а калия в 2 раза меньше, чем округло – звездчатые (Рис.2).

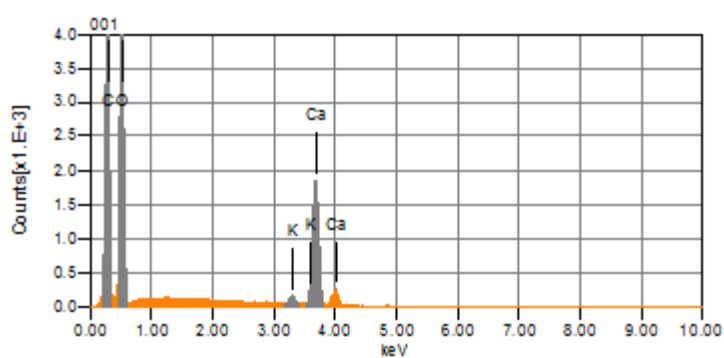
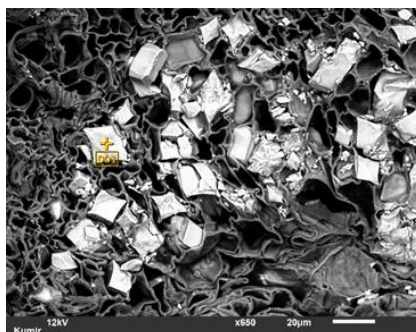


Рис. 2 . ЭДС микроанализ РЭМ (JEOL JSM 6010LA) кристаллоносных включений

В листьях иммунных сортов содержится в 3 раза больше Са и в 2 раза К, чем в листьях устойчивых сортов, что может рассматриваться как маркерный признак устойчивости к парше.

1. Vincent R. F., Paul A. N. Calcium oxalate in plants: Formation and Function. Annual Review of Plant Biology, (2005), 56, 41-71.

Перспективы использования растровой электронной микроскопии в систематике тропических ветвистоусых ракообразных (Crustacea: Cladocera)

А.Н. Неретина

ФГБУН Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, 119071, г. Москва, Ленинский проспект 33, Россия

Ветвистоусые ракообразные (Crustacea: Cladocera) – одна из наиболее разнообразных групп беспозвоночных животных во внутренних водоемах тропических регионов. Несмотря на значительный прогресс, достигнутый в систематике кладоцер за последние тридцать лет [1], видовое разнообразие кладоцер в тропических регионах по-прежнему недооценено. Трудности определения видовой принадлежности кладоцер связаны с тем, что для разграничения близких видов, как правило, используются признаки, слабо различимые или практически не различимые на уровне световой микроскопии (СМ), а при помощи растровой электронной микроскопии (РЭМ) исследовано лишь небольшое число видов кладоцер, в основном принадлежащих к бентосно-фитофильному комплексу. Морфология большинства планктонных видов практически не изучена на уровне РЭМ, а данные по значимости морфологических отличий в этих двух экологических группах не систематизированы [1]. В связи с этим цель нашей работы – изучить морфологические особенности некоторых модельных групп видов ветвистоусых ракообразных при помощи РЭМ.

Материалом для нашей работы послужили коллекционные пробы планктонных и бентосно-фитофильных кладоцер, отобранные по стандартным методикам в водоемах Старого и Нового Света, а также Австралии [1, 2]. Морфологию партеногенетических самок, гамогенетических самок и самцов исследовали при помощи светового микроскопа Olympus BX41 (Olympus Corporation, Япония) и растровых электронных микроскопов Jeol JSM-840A (JEOL Ltd., Япония) и Tescan Vega TS5130MM (CamScan MV 2300) (TESCAN, Чехия). Обнаруженные морфологические отличия между географически отделенными популяциями заносили в базу данных в формате Microsoft Access 2007 для последующего пересмотра статуса каждой популяции.

По результатам проведенного сравнительно-морфологического анализа было установлено, что у всех изученных групп кладоцер, принадлежащих к бентосно-фитофильному комплексу (представители родов *Grimaldina*, *Macrothrix*, *Leberis*, *Notoalona* и др.) у партеногенетических самок из

географически отделенных популяций удается обнаружить немногочисленные, но надежные морфологические отличия, которые могут быть использованы при разграничении близких видов. Эти отличия можно наблюдать как на уровне СМ, так и на уровне РЭМ. У планктонных ветвистоусых ракообразных (представители родов *Ceriodaphnia*, *Moina*) партеногенетические самки и самцы из географически отделенных популяций практически идентичны. При этом морфологические особенности эфиппиев планктонных ракообразных внутри каждой группы видов значительно отличаются. Поэтому для разграничения близких видов планктонных ракообразных строение эфиппиев – наиболее надежный признак. Однако особенности орнаментации эфиппиев слабо различимы на уровне СМ и для адекватного описания их морфологических особенностей необходим РЭМ. Использование РЭМ для разграничения близких видов в исследованных группах кладоцер позволяет дополнить данные по распространению каждого конкретного вида. Внутри каждой группы имеются виды, встречающиеся только в водоемах Нового Света, Старого Света и Австралии. Основная долготная биогеографическая граница в тропиках Старого Света проходит, по-видимому, по территории Южной и Юго-Восточной Азии, в водоемах которой близкие виды, известные из Африки и Австралии, могут встречаться совместно.

Несомненно, включение в анализ большего числа групп видов кладоцер позволит не только дополнить данные по морфологии известных таксонов и описать новые для науки виды, но и провести более детальное биогеографическое районирование тропических регионов Земли по данным видового состава ветвистоусых ракообразных.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-34-00389 мол_а.

1. А.А. Котов. Морфология и филогения Anomopoda (Crustacea: Cladocera), М.: КМК, 2013, 6-35.

2. C. Laforsch, R. Tollrian. Arch. Hydrobiol., 2000, 149, 587-596.

Ультроструктурные изменения плаценты при антенатальной гибели плода

С.В.Пичугова^{1,2}, Л.Г. Тулакина¹, Т.Л.Савинова³, Л.М. Лебедева⁴, Я.Б. Бейкин^{1,2}.

¹МАУ «Клинико-диагностический центр», 620144, г. Екатеринбург, ул.8Марта, 78 «В»;

²ФГБУН «Институт иммунологии и физиологии» УрО РАН, 620049, Екатеринбург, ул.Первомайская, 106;

³Управление здравоохранения администрации г.Екатеринбурга, 620075, г.Екатеринбург, ул. Тургенева, 19;

⁴МАУ Городская клиническая больница №14, отделение родовспоможения, 620039, г.Екатеринбург, пер. Суворовский, 4.

В Российской Федерации в настоящее время наблюдается крайне неблагоприятная демографическая ситуация, характеризующаяся устойчивой депопуляцией населения, что определяет актуальность исследования причин перинатальной смертности [1]. Несмотря на современный уровень развития медицины, совершенствование перинатальной службы, показатель антенатальной гибели плода остается высоким и составляет около 50% в структуре неонатальных потерь [1]. Одной из основных причин антенатальной гибели плода является плацентарная дисфункция [2]. В связи с этим, становится понятна необходимость полноценного морфологического исследования плаценты, в том числе и на ультроструктурном уровне. Проанализированы диагнозы 60 случаев антенатальной гибели плода и 30 женщин с доношенной, физиологично протекавшей беременностью, проведено электронно-микроскопическое исследование ультроструктуры терминальных ворсин хориона плацент, образцы которых забирали непосредственно после родов в роддомах г.Екатеринбурга.

Из проведенного исследования, видно, что в плацентах женщин, как основной группы, так и группы сравнения, выявлены изменения ультроструктуры последа. Известно, что к моменту рождения плода плацента претерпевает значительные инволютивные изменения, что, возможно, необходимо для инициации родового процесса. Морфологическое исследование плаценты позволило выявить деструктивные изменения синцитиотрофобласта (рис.1), дисциркуляторные изменения, такие как гиповаскуляризация стромы ворсин, резкое полнокровие сосудов, сладжирование эритроцитов и формирование эритроцитарных тромбов (рис.2). Это может приводить к повышению проницаемости базальной мембраны сосудов, формированию отеков стромы (рис.3) с последующим развитием ишемии и склероза вплоть до некроза интерстиция (рис.4). Ишемизированная ткань плаценты на фоне дисциркуляторных изменений приводит к увеличению

продукции свободных радикалов с последующим истощением антиоксидантной системы и возникающий вследствие этого оксидантный стресс является причиной нарастания плацентарной недостаточности.

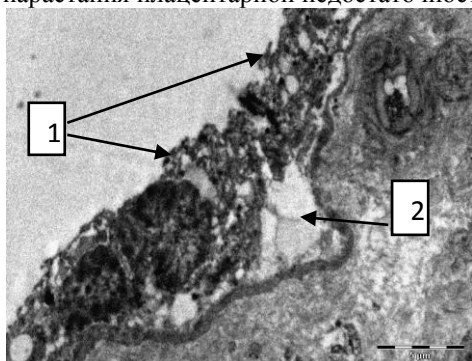


Рис.1 Деструкция (1) и отслойка (2) синцитиотрофобласта, x 3500

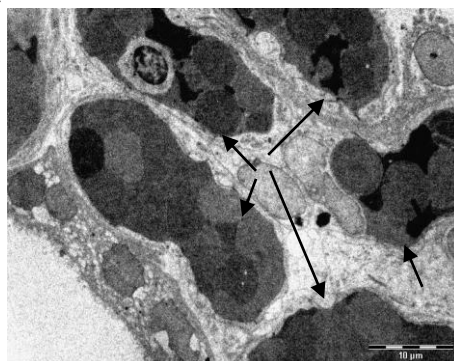


Рис.2 Полнокровные сосуды, эритроцитарные тромбы в просветах, x 1800

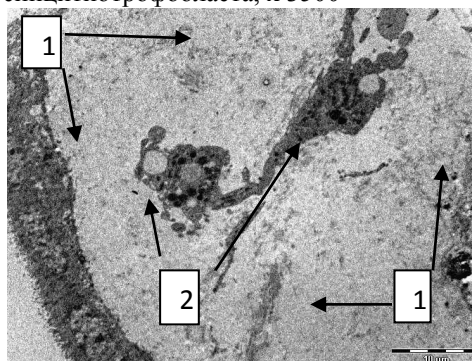


Рис.3 Выраженный отек стромы ворсины (1), мононуклеары (2), x 1800

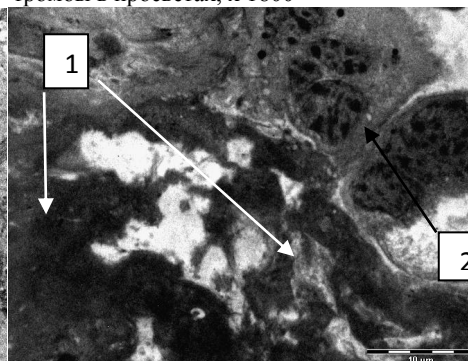


Рис.4 Некроз стромы ворсины (1), деструкция синцитиотрофобласта (2), x 2200

При антенатальной гибели плода патологические изменения структуры плаценты начинаются в ранние сроки гестации в то время как, при физиологично протекающей беременности аналогичные изменения развиваются перед рождением плода, не оказывая негативного влияния на его развитие.

1. Чабанова Н.Б., Хасанова В.В., Шевлюкова Т.П. Антенатальная гибель плода: причины, факторы риска. *Университетская медицина Урала*. – 2015. - №2-3. – с. 60-62.
2. Лазарева Г.А., Хурасева А.Б., Клычева О.И. Современный взгляд на проблему фетоплацентарной недостаточности. *Научные ведомости*. – 2014. - №18. – с. 5-10.

Работа выполнена в рамках госзадания ИИФ УрО РАН (тема № АААА-А18-118020590108-7)

Электронно-микроскопическое изучение биоплёнок, образуемых *Bacillus cereus*

З.С. Плиева¹, Т.А. Смирнова¹, С.Г. Андреевская¹, В.Г. Жуховицкий^{1,2}

¹ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н.Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, д. 18

²ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 119991, г. Москва, ул. Трубецкая, д.8, стр. 2

В настоящее время биоплёнки являются объектом интенсивного изучения [1]. Они представляют собой совокупность микроорганизмов, связанных воедино экзополимерным матриксом. Биоплёнки образуются различными видами грампозитивных и грамотрицательных бактерий, в том числе спорообразующими. Бактерии образуют плёнку либо прикрепляясь к твёрдому субстрату, либо формируя плавающую биоплёнку [2]. Есть данные, что у *Bacillus cereus* вирулентность связана с биоплёнкообразованием [3]. Целью настоящей работы было изучение структуры плавающей биоплёнки у *B. cereus* – как у эталонных штаммов (№№ 1, 4), так и у клинических изолятов (№№ 2, 3). Штаммы *B. cereus* выращивали на среде LB в течение 48 часов (на этом сроке культивирования биоплёнка была максимально стабильной). При стационарном инкубировании культивирование осуществляли в жидкой среде при 28°C без аэрации. Максимально плотной и механически устойчивой к извлечению из пробирки была биоплёнка клинического изолята № 3. Для изучения структуры биоплёнки использовали метод трансмиссионной (ТЭМ) и сканирующей (СЭМ) электронной микроскопии. Препараты готовили методом, описанным ранее [2]. ТЭМ проводили с помощью электронного микроскопа JEM-100B (Jeol, Япония) при ускоряющем напряжении 80 кВ. СЭМ проводили с помощью двухлучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, США). На срезах всех штаммов наблюдались вегетативные клетки с включениями полигидроксибутирата. У клинического изолята № 2 обнаруживались единичные спорулирующие клетки (рис. 2е). На изображениях клинических изолятов №№ 2, 3 видны продольные и поперечные срезы бактерий. Также у клинического изолята № 2 наблюдались необычно длинные неразделившиеся клетки (рис. 2в). Бактерии в биоплёнке были полиморфны: наряду с палочковидными, хорошо сохранившимися бактериальными клетками, встречались искривленные (рис. 1а). Помимо интактных, наблюдались лизированные

бактериальные клетки (рис. 2 г). Наличие искривленных клеток указывает на изменение ригидности клеточной стенки, а появление лизированных клеток свидетельствует о начале процессе автолиза бактериальной популяции. Межклеточное вещество было представлено аморфным материалом средней электронной плотности – матриксом биоплёнки (рис.1а-е). Лишь у эталонного штамма наблюдали тяжи, соединяющие соседние клетки (рис. 1в). С помощью СЭМ выявляли бактерии и межклеточный матрикс, в который они были погружены. Появление дефектных клеток, нарушение целостности и стабильности клеточной стенки может свидетельствовать об истощении питательных веществ в биоплёнке. Основная клеточная масса эталонного штамма не претерпела изменений в той степени, в какой это наблюдалось у клинических изолятов. Очевидно, к нехватке питательных веществ более чувствительны свежeweделенные клинические изоляты, средой обитания которых является желудочно-кишечный тракт, нежели эталонные штаммы, длительно обитающие в условиях культивирования *invitro* на искусственной питательной среде.

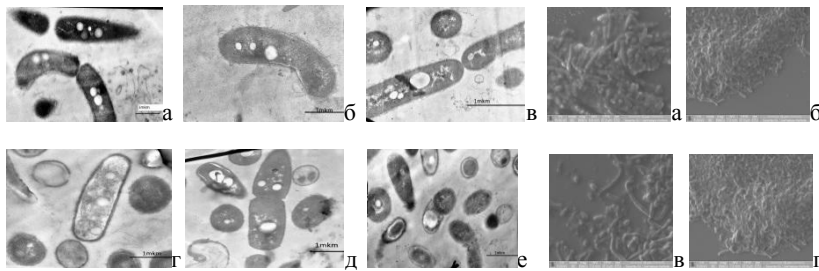


Рис. 1 Срезы биопленки (ТЭМ) Рис. 2 Биопленки (СЭМ)

Список литературы:

1. Смирнова Т.А., Диденко Л.В., Азизбекян Р.Р., Романова Ю.М. Микробиология, 2010, 79 (4), 435-446.
2. Азизбекян Р.Р., Диденко Л.В., Смирнова Т.А. Биотехнология, 2014, 4, 28-34.
3. Kuroki R., Kawakami K., Qin L. et al. Inter. Med., 2009, 48, 791-796.

Электронномикроскопическое изучение штаммов *Bacillus cereus* различного происхождения

З.С. Плиева, Т.А. Смирнова, С.Г. Андреевская, Н.В. Шевлягина, И.А. Богданов, В.Г. Жуховицкий

¹ ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н.Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, д. 18

² ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И.М. Сеченова» Министерства здравоохранения Российской Федерации. 119991, г. Москва, ул. Трубецкая, д.8, стр. 2

Bacillus cereus – широко распространенный вид спорообразующих бактерий, которые способны продуцировать энтеротоксины и могут вызывать сепсис [1,2]. Особую опасность представляют устойчивые к различным факторам внешней среды споры *B. cereus*. В данной работе исследовали споры 4-х штаммов *B. cereus* различного происхождения с целью выявления особенностей их ультраструктуры: двух эталонных (№№ 1, 4) и двух свежевыделенных из клинического материала (№№ 2, 3). Для индикации спор применяли трансмиссионную (ТЭМ) и сканирующую (СЭМ) электронную микроскопию, а также рентгеновский микроанализ (РМА).

Посредством ТЭМ исследовали ультратонкие срезы, которые готовили по методу, описанному ранее [4]. Препараты просматривали на электронных микроскопах JEM-100B (Jeol, Япония) при ускоряющем напряжении 80 кВ, CM12 (Philips, США) при ускоряющем напряжении 80 кВ, LEO912 ABOMEGA (Германия) при ускоряющем напряжении 80 кВ, JEM-2100 (Япония) при ускоряющем напряжении 200 кВ. СЭМ проводили с помощью двухлучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, США). Для РМА использовали анализатор GenesisXM2 (EDAX, США) в режиме низкого вакуума при ускоряющем напряжении 10 кВ двухлучевого ионно-электронного сканирующего микроскопа Quanta 200 3D (FEI Company, США).

С помощью ТЭМ у спор всех четырех изученных штаммов был обнаружен экзоспориум – наружный чехол, характерный для *B. cereus* [5]. На рис. 1а представлен срез споры эталонного штамма *B. cereus*, обладающего широким, лишённым включений экзоспориальным пространством. На рис. 1б, в, г представлены срезы спор клинического изолята №2, у которых большая часть экзоспориального пространства занята крупным округлым или бесформенным включением. В ряде случаев удавалось наблюдать оболочку, окружающую эти включения. На некоторых срезах видна лишь

пустая оболочка. У клинического изолята №3, помимо спор(рис.1д) было обнаружено большое количество вегетативных клеток с многочисленными электронно-прозрачными округлыми включениями полигидроксибутирата(рис.1е).

Посредством СЭМ были выявлены споры овальной формы с экзоспориумом (рис.2а,б,в,г). Размер спор эталонных штаммов колебался от $2,22 \text{ мкм} \pm 0,3 \text{ мкм}$.до $2,63 \text{ мкм} \pm 0,3 \text{ мкм}$. Размер спор клинических изолятов составил $2,25 \text{ мкм} \pm 0,3 \text{ мкм}$ для изолята №2 и $3,3 \text{ мкм} \pm 0,1 \text{ мкм}$.для изолята №3.

С помощьюРМА было показано, что в спорах эталонных штаммов *B. cereus* клиническом изоляте № 2 присутствовали элементы С, N, O, Na, Mg, Si, P, S, Cl, Ca. В клиническом изоляте *B.cereus* № 3 были обнаружены элементыС, N, O, Na, Mg, Si, P, S, Cl, Ca, К. Больше содержание кальциябыли обнаружено в эталонных штаммах по сравнению с клиническими изолятами.

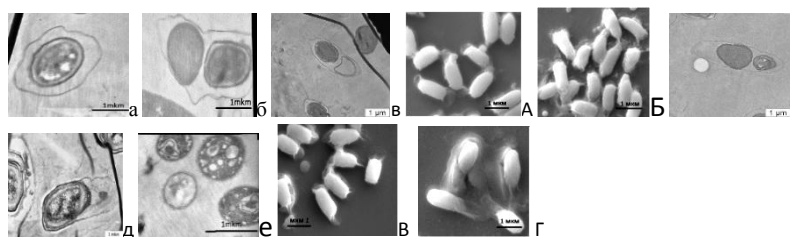


Рис.1. ТЭМ-изображения срезов *B. cereus* **Рис.2.** СЭМ-изображения спор *B. cereus*

Как видно, клинические изоляты *B. cereus* отличаются от эталонных штаммов по морфологии, размерам и элементному составу.

Список литературы

1. J.G. Bundy, T.L. Willey, R.S. Castell.etal. FEMS Microbiol. Letters, 2005, 242, 127-136.
2. D. Inoue, T. Takahashi. Bacillus cereus Sepsis in the Treatment of Acute Myeloid Leukemia, The University of Tokyo, Shinko Hospital Japan, 2014, 281-295
3. M. Laue, G. Fulda. J. Microbiol. Methods, 2013, 94 (1), 13-21.
4. Л.В. Диденко, Н.Д. Константинова, Ю.М. Романова и соавт. Мол. генетика, микробиология и вирусология, 2000, 3, 21-26.
5. G.C. Stewart. Microbiol. Molecular Biol., 2015, 79, 4, 437-457.

Исследование биокоррозии образцов алюминий-магниевых методами сканирующей лазерной микроскопии и рентгеновской томографии, влияние коррозии на прочностные характеристики сплавов АМг6 и 1570

А.Д. Плотников¹, Т.А. Алехова², Е.Ю. Корнеева¹, Т.Ю. Новожилова², Н.А. Загустина³

¹Ракетно-космическая корпорация «Энергия» им. С.П. Королёва, 14107 г. Королёв, Московская обл., Ленина, 4 А, Россия

²МГУ им. М.В. Ломоносова, биологический факультет, г. Москва, 119991, Ленинские горы, д. 1, стр. 12; Россия

³ФИЦ «Биотехнологи» РАН, Москва, 119071, Ленинский пр. 33, стр. 2, Россия

Начиная с 2002 года по настоящее время в рамках эксперимента «Биокоррозия» проводился мониторинг микрофлоры в наиболее загрязненных точках гермокорпуса Российского сегмента международной космической станции (РС МКС). В результате определения микроорганизмов, присутствующих в пробах, собрана коллекция штаммов – обитателей конструкционных поверхностей РС МКС. Микроорганизмы из этой коллекции использовались в дальнейшем для моделирования их воздействия в наземных условиях на образцы алюминиевых сплавов АМг6 и 1570С по ГОСТ 9.048-89 и ГОСТ 9.049-91. После выдержки образцов металлов в условиях обрастания они исследовались различными методами электронной микроскопии. Исследования показали возможность образования на поверхности металла глубоких каверн до 300-500 мкм. В работе изучались биокоррозионные повреждения поверхности образцов сплавов больших размеров (1 - 12 см) для последующей оценки их влияния на их прочностные характеристики, проведения механические испытания на растяжение и усталостных испытаний. Для заражения использовали грибок, способный вызывать значительные биокоррозионные повреждения *Ulocladium botrytis*. После трехмесячного воздействия гриба на образцы алюминий-магниевых сплавов (АМг6 и 1570С) и очистки поверхности, ее исследовали с помощью универсального исследовательского стереомикроскопа Olympus SZX10. Оценка степени биокоррозионного поражения образцов алюминиевых сплавов металлографическим методом проводилась на оптическом микроскопе Zeiss AXIO и электронном микроскопе Zeiss EVO MA10. Оценку степени биокоррозионного поражения образцов алюминиевых сплавов для каждого дефекта, образовавшегося в результате обрастания грибами-деструкторами, проводили методом сканирующей

лазерной микроскопии с использованием лазерного сканирующего конфокального микроскопа Olympus LEXT OLS 4000. Образцы сплава АМг6 имели локальные «извилистые» и «вздутые» поражения, длиной до 5 мм и глубиной до 300 мкм, параметр шероховатости поверхности Ra составлял 0,6 - 2,5 в зависимости от образца. Детальное исследование микроструктуры образцов сплава АМг6 показало наличие участков биокоррозионного поражения под поверхностью сплава протяженностью 200-500 мкм (рис. 1). По границам этих участков наблюдалось развитие межкристаллитной коррозии, что было вызвано наличием большого количества β -фазы (Al_3Mg_2) по границам зерен в виде сплошной сетки, определяющей прочностные свойства. На образцах сплава 1570С межкристаллитной коррозии при микроскопическом исследовании не было обнаружено.

Оценка степени биокоррозионного поражения образцов сплавов АМг6 и 1570С в долевом и поперечном направлениях проводилась с помощью промышленного томографа ХТН 320 LC [1]. Механические испытания на растяжение при температуре 20 °С в исходном состоянии и после биокоррозионного поражения проводились на серво-гидравлической испытательной машине LFV-100. По результатам статических механических испытаний можно было сделать вывод о том, что наличие биокоррозионных поражений на поверхности образцов не приводило к изменению прочностных характеристик материала.

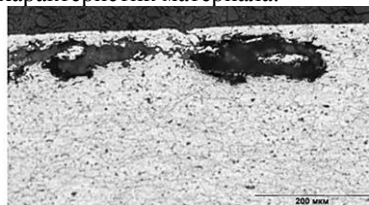


Рис. 1. Биокоррозионное поражение с последующим развитием межкристаллитной коррозии образца сплава АМг6 под поверхностью сплава.

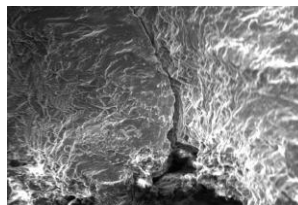


Рис. 2. Внешний вид излома образца сплава АМг6 с биокоррозионными поражениями после испытаний на циклическую усталость. (Усталостная трещина начала развиваться от биокоррозионного повреждения)

В то же время наличие биокоррозионных поражений на поверхности образцов приводило к снижению усталостных характеристик алюминиевых сплавов АМг6 и 1570С, причем у сплава АМг6 (рис. 2) в значительно большей степени проявлялось снижение относительных показателей усталостной прочности (рис. 2).

1 А.Д. Плотников, Е.Ю. Корнеева, Т.А. Алехова, Н.А. Загустина. //Космическая техника и технологии. 2017, 4(19), С. 35-43

Исследование полимерных покрытий биodeградируемых стентов

А.Ю. Рашковский, А.П. Рыжов, Т.Г. Дмитриева

*ООО «Системы для микроскопии и анализа», 121353,
г. Москва, Сколковское ш. 45, Россия*

Использование полимерного покрытия на поверхности металлических коронарных стентов позволяет уменьшить время реабилитации пациентов и снизить риски повторного оперативного вмешательства. Присутствие дефектов может вызывать воспаление и некроз окружающих тканей, а также привести к образованию тромбов, поэтому полимерное покрытие должно выдерживать все технологические этапы (опрессовка, стерилизация и расширение) без ущерба для его целостности [1].

В настоящее время «золотым стандартом» изучения новых биомедицинских изделий являются рандомизированные клинические исследования, однако зачастую многие проблемы возможно выявить на доклинической стадии, не подвергая опасности жизнь и здоровье добровольцев. Целью данной работы была разработка инструментального метода аналитического контроля для прогнозирования клинической эффективности и безопасности исследуемого продукта.

В работе проанализированы образцы 3-х типов покрытых коммерческих коронарных стентов второго поколения производства России, Турции и США на стадиях до и после раскрытия, полимерный лекарственный слой которых состоит из полимолочной кислоты с различными сополимерами толщиной от 2,5 мкм до 4,5 мкм.

Изучение морфологии образцов стентов с полимерным покрытием проводилось с использованием двулучевого растрового электронного микроскопа (РЭМ) FEI Versa 3D: испытания производились в режиме низкого вакуума (80-200 Па) без напыления токопроводящего покрытия на поверхность образцов. Для определения толщины и оценки однородности покрытия создавались сечения поверхности ионным травлением с помощью сфокусированного ионного пучка.

Для установления распределения элементного и химического составов по глубине покрытия использовался рентгеновский фотоэлектронный спектрометр (РФЭС) PHI VersaProbe II 5000. Элементный состав покрытия определялся с шагом по глубине 25-50 нм с использованием ионного травления.

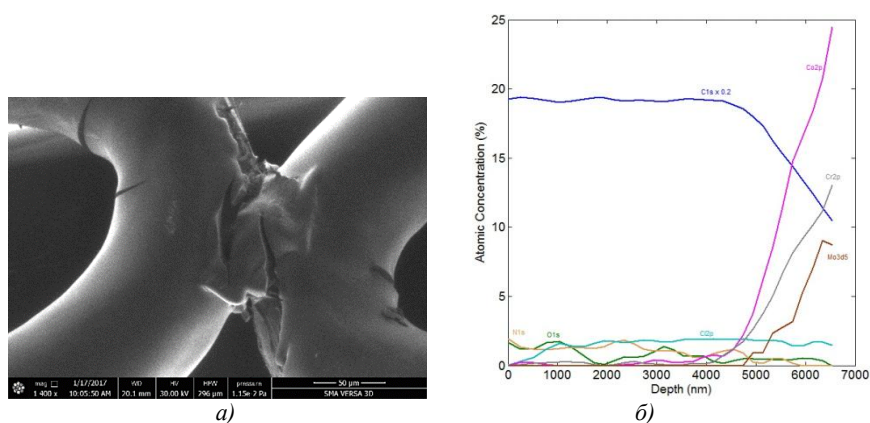


Рис. 1. а) Морфология поверхности стента с покрытием после этапа раскрытия; наблюдается отслоение покрытия и образование трещин; б) распределение химических элементов по глубине покрытия.

Методом РЭМ было определено, что отклонение по толщине покрытия для различных моделей стентов варьируется от 0,1% до 17% от заявленного производителем. Методом РФЭС на основании данных, полученных при глубинном профилировании полимерных слоёв с лекарственным препаратом, было установлено различие в толщинах покрытий на структурных элементах стента и распределении составляющих его химических элементов.

Совместное использование методов РЭМ и РФЭС для анализа поверхности коронарных стентов позволило получить взаимодополняющую информацию: обнаружены и классифицированы дефекты покрытия (РЭМ), установлен элементный состав покрытия и подложки (РЭМ, РФЭС) определены толщина полимерного слоя (РЭМ, РФЭС) и его химический состав (РФЭС).

В покрытии серии стентов на стадиях до и после раскрытия были выявлены дефекты структуры. В работе, показана возможность инструментального анализа поверхности покрытых коронарных стентов, определен их состав и морфология, получены данные для совершенствования технологического процесса.

1. Glocker D., Ranade S. (ed.). Medical Coatings and Deposition Technologies. – John Wiley & Sons, 2016. — 510 с.

Ассоциация каналов TRPV6 с липидными рафтами в клетках Jurkat

С.Б. Семенова, Л.В. Кевер, Я.Ю. Комиссарчик

Институт цитологии РАН Санкт-Петербург 194064, Россия

Ранее мы показали функциональную экспрессию кальциевых каналов суперсемейства TRP в клетках Jurkat [1]. В настоящей работе исследовалась роль липидного микроокружения в регуляции кальциевых каналов TRPV6 в этих клетках. Для оценки состояния липидных микродоменов был использован конъюгат нетоксичной бета-субъединицы холерного токсина с флуоресцентным красителем (FITC-СТВ) [2]. Визуализацию интересующих белков проводили в конфокальном микроскопе. С помощью иммуноокрашивания с использованием флуоресцентных антител с разными спектрами излучения анализировалось взаимодействие каналов с липидными рафтами. Было показано, что в клетках, обработанных деструктором липидных рафтов, метил-бета-циклодекстрином наблюдалось более диффузное распределение каналов TRPV6, чем в контрольных клетках. Для оценки ультраструктурной картины распределения каналов и их ассоциации с липидными рафтами использовали иммунную электронную микроскопию. Клетки Jurkat фиксировались 4% формальдегидом и 0,1% глутаральдегидом. Ультратонкие срезы клеток, залитых, в LR-white обрабатывались поликлональными антителами, против белка кальциевых каналов TRPV6. Для локализации этих каналов использовались вторые антитела, конъюгированные с золотом. После контрастирования уранилацетатом и цитратом свинца срезы анализировались в электронном микроскопе Libro-120 при ускоряющем напряжении 80кв. Локализация ионных каналов осуществлялась как на контрольных клетках, так и на клетках, обработанных метил-бета-цикло декстрином. На рис. 1 приведены типичные электронномикроскопические картины клеток, демонстрирующие локализацию каналов TRPV6 в плазматической мембране клеток Jurkat. Полученные результаты позволяют считать, что экстракция холестерина и разрушение липидных рафтов приводит к изменению локализации каналов, и их уходу с плазматической мембраны в цитоплазму клеток (рис. 1а,б). Это согласуется с литературными данными о том, что холестерин участвует в регуляции кластерной организации ионных каналов в липидных доменах плазматической мембраны. Полученные нами данные свидетельствуют о том, что связанные с рафтами липиды, такие как холестерин и

сфинголипиды и сами липидные домены, непосредственно и/или косвенно регулируют активность каналов TRPV6. Предполагается, что физическое взаимодействие исследованных кальциевых каналов с липидными рафтами может определять режим гейтинга и активации каналов.
 "Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-04-00231- а)".

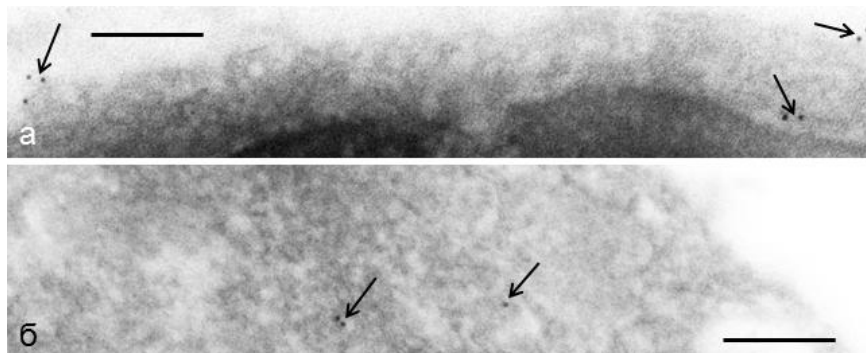


Рис. 1. Ультратонкие срезы клеток Jurkat: контрольные (а) и обработанные метил-бета-циклодекстрином (б). Видно, что на плазматической мембране контрольных клеток частицы золота выявляются чаще, а их плотность локализации больше. Bar -250нм

1. *V.N. Tomilin, A.L. Cherezova, YA. Negulyaev, S.B. Semenova. J. Cell Biochem. (2016), 117(1), 197-206.*
2. *Schon A, Freire E Biochemistry (1989), 28, 5019–502.*

Ультраструктурная гетерогенность онкоцитом почек человека

Е.А. Смирнова, И.А. Букаева, С.Д. Бежанова, Т.А. Иванова

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Национальный исследовательский центр онкологии имени Н. Н. Блохина» Минздрава России, г. Москва, Каширское шоссе, 23, Россия

Молекулярно-генетическими и иммуноморфологическими исследованиями была выявлена гетерогенность онкоцитом почек человека, входящих в группу доброкачественных новообразований. Среди онкоцитом почек были идентифицированы два подтипа: 1-ый подтип представлял собой диплоидные новообразования (опухоль) с перестройкой гена CCND1, в то время как опухоли 2-го подтипа являлись анеуплоидными с потерей хромосом 1, X или Y и хромосом 14 и 21. При этом особенностью опухолей 2-го подтипа являлась их способность трансформироваться в эозинофильный хромофобный рак, характеризующийся агрессивным клиническим течением и высоким риском образования метастазов. (Shilpy Joshi, Denis Tolkunov, Hana Aviv et al. The Genomic Landscape of Renal Oncocytoma Identifies a Metabolic Barrier to Tumorigenesis. Cell Rep. 2015 Dec 1;13(9): 1895-1908).

Однако морфологические характеристики выделяемых подтипов онкоцитом почек остаются недостаточно изученными.

Целью настоящего исследования явилось изучение ультраструктурных особенностей 12 онкоцитом, полученных от пациентов, оперированных в ФГБУ «НМИЦ онкологии им. Н.Н.Блохина» МЗ РФ.

При светооптическом и электронно-микроскопическом изучении данные опухоли были разбиты на два подтипа: к 1-подтипу были отнесены 7 наблюдений, ко 2-ому - 5.

В результате анализа проведенного исследования, было выявлено, что опухоли 1-подтипа состояли из округлых или полигональной формы мономорфного вида клеток, расположенных в виде солидных полей. Ядра округло-овальной формы, с ровными контурами, мелкодисперсным хроматином, диффузно расположенным по всей кариоплазме, ядрышки небольших размеров. В цитоплазме большое количество митохондрий, плотно прилегающих друг к другу. Цитоплазма между ними бедна органеллами. Встречаются внутриклеточные канальцы. Клетки имеют высокий ядерно-цитоплазматический индекс.

В онкоцитомах 2-го типа, при светооптическом морфологическом сходстве с онкоцитомами 1-го типа, имеются ультраструктурные особенности, которые выражаются в появлении клеток с ядрами неправильной формы, более крупным ядром и ядрышком. В некоторых митохондриях кристы теряют свою форму, контуры и матрикс становятся темными, выявляются признаки дегенерации, кристы исчезают, нарушается целостность мембраны. По своим морфологическим признакам онкоцитомы 2-го типа становятся похожими на эозинофильный хромофобный рак, что свидетельствует о нарастающих признаках злокачественности.

Таким образом, обнаруженные ультраструктурные особенности онкоцитом 1-го и 2-го подтипов могут быть использованы с целью дифференциальной диагностики этих новообразований, что имеет важное практическое значение при выборе лечебной тактики.

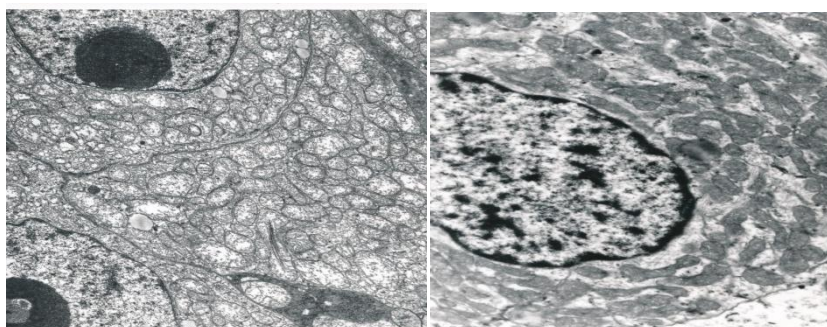


Рис. 1. Онкоцитома 1-подтипа. В цитоплазме опухолевых клеток имеется большое количество митохондрий со светлым матриксом. Э-М.Х 8000

Рис. 2. Онкоцитома 2-подтипа. В цитоплазме опухолевых клеток имеется большое количество митохондрий с темным матриксом. Э-М.Х 10000

РЭМ и конфокальные исследования дистальных отделов половой системы пресноводных моллюсков

Е.В. Солдатенко¹, А.А. Петров¹

¹ *ФГБУН Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Университетская наб. 1, Россия*

Пресноводные легочные моллюски (*Hydrophila*) широко распространены в пресных водах всех континентов и являются важной составляющей биоценозов, регулируя их продуктивность и участвуя в жизненных циклах паразитических трематод в качестве промежуточных хозяев. Неоднократно предпринимались попытки разобраться в таксономии и филогении этой группы, но вопрос по-прежнему остается дискуссионным. Комплексные исследования дистальных отделов половой системы (копулятивных аппаратов) позволяют выявить важные дополнительные диагностические признаки, которые невозможно получить без РЭМ и конфокальной микроскопии.

В ходе работы было исследовано строение копулятивных аппаратов у 1 вида сем. *Acroloxidae*, 2 видов сем. *Ancylidae*, 3 видов сем. *Helisomatidae*, 1 вида сем. *Lymnaeidae*, 1 вида сем. *Physidae*, 35 видов сем. *Planorbidae* и 5 видов сем. *Segmentinidae*. Для РЭМ-исследований применяли 2 методики приготовления объектов. Для обработки твердых структур объекты очищали слабым водным раствором гипохлорита натрия от сопутствующих тканей, промывали в дистиллированной воде, затем в 96% этаноле и высушивали на воздухе. Мягкие ткани копулятивных аппаратов обезвоживали в 96% этаноле и высушивали 20 минут в гексаметилдисилазане на воздухе. Подготовленные объекты напыляли платиной в аппарате Eiko-5, исследовали и фотографировали в РЭМ Quanta-250 при ускоряющем напряжении 5-20 кВ и первичных увеличениях до 50 тыс.

Для конфокального исследования мускулатуры проксимальных отделов копулятивных аппаратов (пениального комплекса) животных фиксировали в 4% формальдегиде на фосфатно-солевом буферном растворе (0.01 М PBS), промывали в том же буфере, обрабатывали в растворе детергента (0.25% Triton X-100 на 0.01 М PBS) и затем инкубировали в фаллоидине TRITC (разведение 1:150 на 0.01 М PBS) для окраски мускулатуры. Покрашенный материал промывали в 0.01 М PBS, заключали в среду Vectashield, монтировали на предметное стекло и исследовали на конфокальном микроскопе Leica TCS SP5.

Основными структурами пениального комплекса *Hydrophila* является пенис, окружающий его мускулистый мешок и препуциальный орган. Изучение с помощью РЭМ мышечных отделов позволило уточнить строение, покровы этих отделов и локализацию семяизвергающих отверстий, уточнить расположение мышечных гребней и структуру фиксирующих образований у 45 видов, что позволило уточнить таксономию группы. Изучение стилетов

копулятивных аппаратов, проведенное авторами в разные годы более чем у 32 видов, способствовало определению их функционального значения. На основе этих данных стилеты группы были разделены по морфологии и особенностям формирования на 4 типа (каркасный, пластинчатый, конусный, покровный).

Проведенное конфокальное исследование выявило в мышечных структурах пениса и его мешке несколько вариантов организации мускулатуры, которые характеризуют крупные таксономические группы в пределах Hygrophila. Пенисы представителей семейств Acroloxiidae, Lymnaeidae и Physidae имеют внутренние и наружные слои кольцевых мышц и расположенный между ними промежуточный слой продольных мышц. Такой вариант организации пениальной мускулатуры, скорее всего, является исходным для Hygrophila. У остальных пресноводных пульмонат (*Biomphalaria*, *Planorbella* и семейства Ancyliidae, Planorbidae и Segmentinidae) в промежуточном слое появляются радиальные или поперечные мышцы. У Planorbidae и Segmentinidae наружные и внутренние мышцы пениса имеют продольную ориентацию, а промежуточный слой включает преимущественно радиальные (и в некоторых случаях, вероятно, также кольцевые) мышцы. По всей видимости, у общего предка Planorbidae и Segmentinidae произошло существенное преобразование мускулатуры пениса: наружные и внутренние кольцевые мышцы исчезли, а их место заняли продольные мышцы, первоначально лежавшие в промежуточном слое. При исследовании мешка пениса у различных представителей Hygrophila было выявлено три основных варианта организации мускулатуры: у Acroloxiidae, Physidae и Helisomatidae стенка мешка включает 2 мышечных слоя, у Lymnaeidae, Planorbidae и Segmentinidae – 3 слоя и у *Biomphalaria* – 4 слоя. Картирование признаков мускулатуры пениса и его мешка на молекулярную филогению Hygrophila показывает, что признаки морфологии мускулатуры пениального комплекса хорошо согласуются с имеющимися молекулярно-филогенетическими данными.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Таксон» Зоологического института РАН (<http://www.ckprf.ru/ckpr/3038/>). Исследование проводилось при финансовой поддержке по бюджетным темам АААА-А17-117030310207-3 и АААА-А17-117030110029-3.

Оценка влияния температуры на морфологию клеток бактерий *Yersinia pestis* методом атомно-силовой микроскопии

Д.В. Уткин, Е.Г. Булгакова, П.С. Ерохин, О.С. Кузнецов, В.Е. Куклев,
Н.А. Осина

ФКУЗ Российский научно-исследовательский противочумный институт «Микроб»
Роспотребнадзора, г. Саратов, Россия

Атомно-силовая микроскопия позволяет определить трехмерные характеристики различных объектов на микро- и наноуровне. При изучении микроорганизмов такие параметры, как: длина, ширина, среднеквадратичная шероховатость поверхности клетки, объем клетки, коэффициент уплощенности (отношение площади проекции клетки к ее высоте), отношение ширины клетки к высоте (индекс I) характеризуют морфофункциональный статус бактерий в разных условиях при действии различных факторов. Одним из наиболее значимых факторов окружающей среды, влияющих на структурно-функциональные особенности бактерий, в том числе, возбудителя чумы *Yersinia pestis*, обитающего в различных условиях, является температурный [1]. Целью данной работы было изучение изменений морфологических параметров клетки и клеточной поверхности при изменении температурных условий среды.

В работе использовали штамм *Y. pestis* ssp. *altaica* 1559, выделенный из блох на территории Горно-Алтайского природного очага чумы. Бактерии выращивали на твердых питательных средах при трех температурных режимах: 28 °С (стандартная температура культивирования возбудителя и температура тела переносчика - блохи), 37 °С (температура, свойственная теплокровным хозяевам), 4 °С (гипотермическая температура инфицированных мелких млекопитающих в период зимней спячки). Исследование бактерий проводили на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47-PRO (НТ-МДТ, Россия) в прерывисто-контактном режиме с применением кремниевых зондов NSG01 (НТ-МДТ, Россия) (Рис. 1).

По результатам анализа установлено, что при изменении температуры культивирования с 28 °С до 37 °С и 4 °С линейные размеры клеток бактерий увеличивались, что приводило к увеличению объема клетки в 1,7-1,9 раза, что характерно для стрессированных бактерий [2].

Среднеквадратичная шероховатость поверхности клеток с понижением температуры с 28 °С до 4 °С уменьшалась с (22 ± 5) нм до (18 ± 3) нм, а с повышением температуры до 37 °С - увеличивалась до (48 ± 11) нм. В результате повышения шероховатости поверхности клетки увеличивалась

площадь поверхности клеточной стенки и плотность липополисахарида [1], что, по-видимому, является одним из факторов адаптивной защитной реакции бактерий чумного микроба [3].

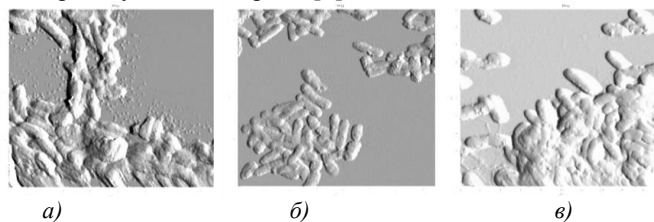


Рис. 1. АСМ изображения *Y. pestis* ssp. *altaica* 1559 (метод рассогласования): а) при температуре 37 °С; б) при температуре 28 °С; в) при температуре 4 °С.

При изменении температуры культивирования с 28 °С до 37 °С коэффициент уплощенности, характеризующий степень пластичности клетки, практически оставался на одном уровне ($4,0 \pm 0,2$ и $4,2 \pm 1,4$ соответственно). В гипотермических условиях при температуре 4 °С пластичность клеток увеличивалась, что приводило к увеличению коэффициента уплощенности с $4,0 \pm 0,2$ до $8,4 \pm 0,4$.

Индекс I, характеризующий ригидность клеточной стенки [4], с повышением температуры незначительно уменьшался с $2,5 \pm 0,1$ до $2,3 \pm 0,6$, что указывает на повышение ригидности. Понижение температуры до 4 °С приводило к увеличению индекса I с $2,5 \pm 0,1$ до $3,5 \pm 0,1$, что свидетельствовало о снижении ригидности клеточной стенки.

Таким образом, повышение температуры культивирования с 28 °С до 37 °С приводит к увеличению объема клетки, шероховатости поверхности клетки, ригидности клеточной стенки. Понижение температуры до гипотермических значений приводит к увеличению объема клеток, потере ригидности клеточной стенки, сглаживанию поверхности, увеличению пластичности, что свидетельствует о различных механизмах адаптации чумного микроба при культивировании *in vitro* при повышении и понижении температуры, регистрируемых, в данном случае, с использованием АСМ.

1. C. Wang, C.E. Stanciu, C.J. Ehrhardt, V.K. Yadavalli. Anal. Bioanal. Chem., 2016, 408 (20), 5585-5591.

2. Ю.Ю. Гуцина, Л.Н. Олюнина, Т.А. Гончарова, А.П. Веселов, Ю.А. Мацкова, М.А. Ежеская. Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2005, 5, 87-92.

3. А.В. Чернядьев, А.А. Бывалов, Б.А. Ананченко, Л.Г. Бушмелева, С.Г. Литвинец. Изв. Коми научного центра УрО РАН, 2012, 3(11), 57-60.

4. Y. Chao, T. Zhang. Appl. Microbiol. Biotechnol., 2011, 92 (2), 381-392.

Компенсаторные механизмы в слизистой оболочке полости рта у жвачных животных

Р.М. Хацаева

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, г. Москва, Россия

Методами сканирующей электронной микроскопии были выявлены компенсаторные механизмы в слизистой оболочке полости рта у *Bos taurus taurus*, вызванные стертостью зубов.

Данное исследование является частью разностороннего изучения адаптивных и компенсаторных механизмов органов пищеварения жвачных животных [1], целью которого явилось сравнение ультратонкого строения слизистой оболочки уголков рта и симбионтов на поверхности эпителия у *Bos taurus taurus* со здоровыми и полностью стертыми зубами.

Слизистая оболочка уголков рта у сравниваемых животных со здоровыми и стертыми зубами имела разное строение [рис. 1, а, б]. У животного со здоровыми зубами сосочки располагались однонаправленно, имели разные размеры, гладкий, слегка волнистый рельеф поверхности с заостренными и тупыми кончиками, со стертыми - были изогнуты, имели сморщенный вид, поверхность их с многочисленными волнами и наплывами, с расщеплениями по бокам и на кончиках [рис. 1, а, б].

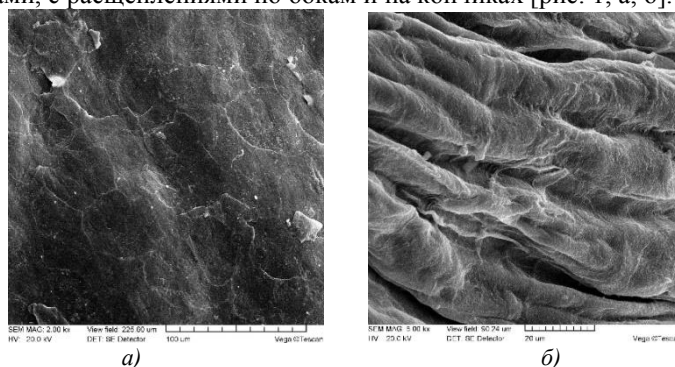


Рис. 1. Структура поверхности эпителия сосочков слизистой оболочки уголков рта *Bos taurus taurus*: а) – со здоровыми зубами; б) – со стертыми зубами.

Ультраструктурный рельеф поверхности эпителия сосочков у сравниваемых животных имел разное строение [рис. 2, а, б]. У животного

со здоровыми зубами она более гладкая с сетчатой структурой. Клетки имеют неодинаковый размер и форму, в основном многогранную. На поверхности эпителия располагалось много симбионтов разной формы, расположенные одиночно и группами [рис. 2, а]. У животного со стертymi зубами – рельеф волнообразный, с деформированными и отшелушивающимися клетками. На поверхности эпителия имелось большое количество разного размера и формы кристаллов и мало симбионтов [рис. 1, 2, б].

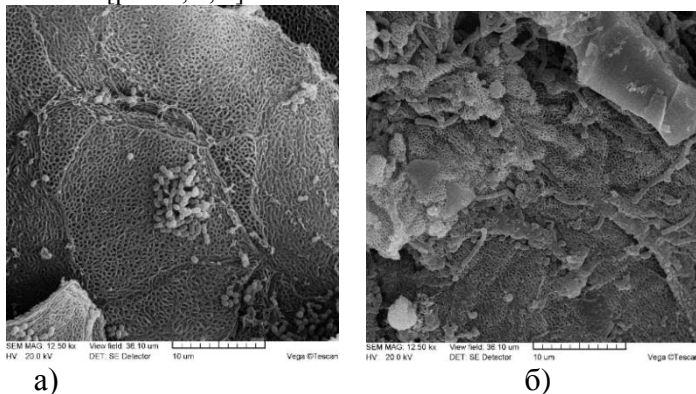


Рис. 2. Ультраструктура поверхности эпителия сосочков слизистой оболочки уголков рта *Bos taurus taurus*: а) – со здоровыми зубами; б) – со стертymi зубами.

Выявленные морфологические особенности слизистой оболочки уголков рта *Bos taurus taurus* с нормальным и недостаточным питанием на электронномикроскопическом уровне свидетельствуют о компенсаторных отношениях между органами при изменениях, вызванных спецификой питания жвачных животных и демонстрирует детерминированность морфологических особенностей структур слизистой оболочки полости рта жвачных животных спецификой их питания.

1. Р.М. Хацаева. Экологическая детерминированность морфологических особенностей развития желудка в онтогенезе диких и домашних жвачных. International Journal of Advanced Studies и Publishing House "Science & Innovation Center" (St. Louis, Missouri, USA), 2012. – P. 37-41.

Морфология скелетных мышц крыс при моделировании динамической физической нагрузки и действии L-карнитина

И.А. Хуторская¹, В.П. Балашов¹, В.Г. Евтюгин², Г.Ф. Шаймарданова³, В.Н. Абрамов¹, Н.Г. Герасимова¹

¹ ФГБОУ ВО «Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева», 430005 г. Саранск, ул. Большевикская 68, Россия

² ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», 420008 Казань, ул. Кремлёвская, 18, Россия

³ КИББ ФИЦ КазНЦ РАН, 420111 г. Казань ул. Лобачевского, 2, Россия

Цель работы состояла в изучении ультраструктуры мышечных волокон *m. soleus* и *m. plantaris* у крыс в условиях интенсивной физической нагрузки и действии L-карнитина. Животные были разделены на три группы по 6 особей в каждой: группа №1 – интактный контроль, группы №2 и №3 соответственно составили животные подвергнутые ежедневным сеансам принудительного плавания «до предела» [1] без фармакологической коррекции и получавшие внутривентриально L-карнитин в дозе 100,0 мг/кг. Продолжительность эксперимента составила 21 сутки. Животных выводили из эксперимента под эфирным наркозом и производили забор мышц – *m. soleus* и *m. plantaris*.

Мышцы фиксировали глутаровым альдегидом с дофиксацией четырехокисью осмия. Заливку осуществляли в Epon 812 (Fluka). Ультратонкие срезы контрастировали уранил-ацетатом и цитратом свинца и просматривали с помощью трансмиссионного микроскопа Hitachi HT 7700 Exalens.

Электронно-микроскопическое исследование скелетных мышц животных интактной группы указывает на типичное строение скелетной мышечной ткани с характерным для миосимпласта набором органелл и включений [2].

Динамическая физическая нагрузка в виде плавания «до предела» в течение 21 суток приводит к появлению комплекса внутриклеточных изменений в скелетной мышечной ткани. Согласно нашим данным выявленные ультраструктурные изменения носят мозаичный характер. В обеих мышцах, наряду с волокнами, имеющими типичное строение, встречаются участки ткани, в которых наблюдается ряд негативных изменений, обусловленных воздействием динамической физической нагрузки [3]. Наиболее типичными из них являются инвагинации ядерной

оболочки с локальными нарушениями целостности мембран, разволокнения и разрывы миофибрилл, деструкция митохондриальных крист с просветлением матрикса, расширения канальцев и цистерн саркоплазматического ретикулума, а также появление зон внутриклеточного отека.

Крысы, получавшие L-карнитин в дозе 100,0 мг/кг на фоне принудительной динамической физической нагрузки, составили опытную группу. В данной экспериментальной группе большая часть мышечных волокон сохраняет типичное строение, характерное для животных группы интактного контроля, но имеются диффузно расположенные участки скелетной мышечной ткани, в которых также наблюдается ряд ультраструктурных изменений, напоминающих изменения, характерные для животных, получавших интенсивную физическую нагрузку без фармакологической поддержки. Однако такие изменения встречались реже и были менее выраженными.

Работа поддержана грантом РФФИ № 17-04-01404 А

Список литературы

1. *В.Х. Василенко, С.Б. Фельдман.* Миокардиодистрофия, М.: Медицина, 1989. 272 с.
2. *Н.В. Ямщиков, Ю.Н. Григорьева, А.П. Ардашкин.* Морфологические аспекты прижизненного и посмертного повреждения скелетных мышц. Самара: Офрот; ГБОУ ВПО Сам ГМУ, 2011. 143 с.
3. *В.А. Пастухова.* Структурная перестройка скелетных мышц под воздействием длительных физических нагрузок. Украинский морфологический альманах, 2014, 12, № 4. 121-125.

РЭМ-морфология пениальной папиллы как важный диагностический признак в систематике заднежаберных моллюсков

Е.М. Чабан¹, Е.В. Солдатенко¹

¹ ФГБУН Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Университетская наб. 1, Россия

Количество признаков, используемых в систематике заднежаберных моллюсков постоянно растет в процессе накопления информации об их морфологии. Так только для анализа систематики и филогении группы видов *Philina aperta* было использовано 46 признаков (Price et al., 2011). Однако ценность разных признаков неодинакова. Традиционно важными для заднежаберных моллюсков являются особенности морфологии пищеварительной и половой систем, а также ногума, оральных щупалец и ринофоров у голожаберных моллюсков. Среди заднежаберных представители отряда Certhaspidia имеют минимальный спектр разнообразия прежде всего внешних признаков в связи с роющим образом жизни: их внешняя морфология как раковины, так и тела сильно упрощена, особенно у видов семейства Philinidae. Выраженный у филинид процесс редукции раковины (завитка, колумеллы) привел к отсутствию выраженной оси раковины, в результате исследователи этой группы сталкиваются с серьезными трудностями в ориентации раковины. На фотографиях и рисунках отражаются субъективные ракурсы, что, в свою очередь, приводит к возможности документирования разных пропорций у одного и того же вида и даже экземпляра. Изучение морфологии радулы существенно облегчает идентификацию видов, поэтому описание этой структуры – обязательная часть видового очерка. Особенно ценны изображения радул, полученные с помощью РЭМ. Однако, если разнообразие радул у голожаберных моллюсков довольно велико (Gosliner, 1994), то у цефаласпид радула вторично отсутствует у всех представителей семейства Retusidae и почти всех - семейства Aglajidae. У Philinidae и Laonidae разнообразие радул невелико, они различаются как правило, только различным количеством внешних латеральных зубов, у большинства видов варьирующих от 0 до 2. В видовой идентификации этот признак работает слабо.

Третий блок традиционно изучаемых признаков - морфология половой системы. Головной копулятивный аппарат цефаласпид в течение всего 19 в. активно изучали с помощью светового микроскопа (Bergh, 1905, 1908; Guiart, 1901; Marcus, 1969; Rudman, 1972; Gosliner, 1989; и др.). В настоящее время световой микроскоп используется как правило для представления лишь об общей композиции головного копулятивного аппарата (длина и форма простаты, форма пениального мешка, общая форма пениальной папиллы),

который изображается в виде контурного рисунка (Ohnheiser and Malaquias, 2014; Malaquias et al., 2016; и др.) или фотографии. Однако только применение РЭМ дает возможность получить хорошее изображение деталей головного копулятивного аппарата как диагностических признаков видов, в настоящее время часто выделяемых в результате молекулярно-генетического анализа. И это особенно важно для относительно мелких экземпляров, у которых размер всего головного аппарата не превышает 1 мм.

Мы изучили морфологию пениальной папиллы 8 видов семейств Philinidae и Laonidae. Головной копулятивный аппарат извлекали при вскрытии моллюсков; мешок пениса также вскрывали не отделяя его от простаты у мелких экземпляров; обезвоживали в спирте и сушили в гексаметилдиэтилене. После высушивания объекты наклеивали на столики на графитовую подложку, напыляли платиной в аппарате Eiko-5, исследовали и фотографировали в РЭМ Quanta-250 при ускоряющем напряжении 5-20 кВ и увеличениях до 10 тысяч.

Нами впервые было показано, что несмотря на общий схожий план строения головного копулятивного аппарата, морфология молоточковидной папиллы *Philine finmarchica* принципиально отличается от молоточковидной папиллы типового вида рода *Philine* – *P. aperta*: отверстие семяизвергательного канала находится не на кончике молоточковидной папиллы, а на ее ножке, оно зияет и окружено валиками рядов хитиновых «бородавок» и служит вместе с особенностями пластинок гизарда основанием для выделения *P. finmarchica* в отдельный род *Praephiline*. Анализ видов филинид из глубоководных районов Охотского моря с использованием РЭМ морфологии пениальной папиллы позволил сделать вывод о том, что семейство Philinidae в Охотском море представлено видами именно этого рода.

Морфология головного копулятивного аппарата видов семейства Laonidae до настоящего времени не имела практического применения в видовой диагностике, т.к. представляла собой простую короткую простату и мешок пениса с конической папиллой (Valdes et al, 2016). Однако у *Laona nanseni* было отмечено наличие простого стилета в пениальной папилле (Malaquias et al., 2016). Нами было обнаружено хитиновое вооружение различного типа на пениальной папилле двух видов лаонид из Охотского моря.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Таксон» Зоологического института РАН (<http://www.ckprf.ru/ckpr/3038/>). Исследование проводилось при финансовой поддержке по бюджетной теме АААА-А17-117030310207-3.

Фрактальный анализ биокompозита на основе высокопористого ячеистого материала

А.Ю. Чуфаров, И.Г. Григоров

Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

Для таких разделов медицины, как хирургия, травматология и ортопедия, необходимы разработки и внедрения материалов, связанных с биокompозитами на основе высокопористых ячеистых материалов (ВПЯМ) с биоактивным заполнением пор основы. Высокопористая основа должна обладать хорошей биосовместимостью и прочностью, наличием сквозных, взаимосвязанных пор для размещения биоактивного наполнителя и прохождения физиологических жидкостей, необходимых для процесса остеоинтеграции. В качестве наполнителя ВПЯМ целесообразно использовать материалы на основе гидроксиапатита (ГАП) соединения кальция ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), входящего в состав костной ткани [1].

Проблема синтез высокопористого каркаса – скаффолда с высокими значениями прочности и жесткости является одним из основных критериев при изготовлении костных имплантатов. При этом, решающим фактором оказывающим наибольшее влияние на механические характеристики биоматериала является его пористость. Методики определения среднего размера ячеек пространственной структуры ВПЯМ, рекомендованные в России, согласно работе [2] имеют существенные недостатки.

В предложенной работе проведены исследования пористости биоматериала ВПЯМ-ГАП (запатентован в ИХТТ УрО РАН [3]) методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) с применением фрактального формализма. Характеристикой, определяющей пористость, является фрактальная размерность, которая вычисляется относительно простым способом – методом покрытия картины квадратами [4]. Для определения фрактальной размерности пористости биокompозита ВПЯМ-ГАП использовали компьютерную программу Grider, разработанную в ООО «ГИ-СКАН» г. Екатеринбург [5]. Микроструктура биокompозита и интерфейс программы Grider, представлены на рис. 1.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ Проекта № 15-29-04868, государственного задания ФАНО России НИР № АААА-А16-116122810212-5 и Проекта УрО РАН № 18-10-3-32.

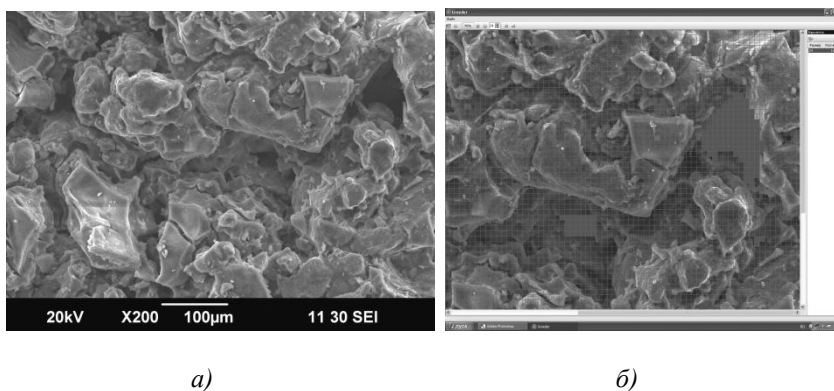


Рис. 1. Вид: а) микроструктуры биокompозита ВПЯМ-ГАП (JSM 6390LA) и б) интерфейса программы Grider.

1. *Баринoв С.М., Комлев В.С.* Биокерамика на основе фосфатов кальция. М.: Наука. 2005. 202 с.
2. *Храмцов В.Д.* Метод определения диаметров ячеек и их неоднородности в высокопористых материалах // ЗЛДМ № 4. 2003. Том 69. С. 33-35.
3. Способ получения биомедицинского материала. Патент РФ № 2599039.
4. *Григорoв И.Г., Зайнулин Ю.Г., Швейкин Г.П.* Фрактальный анализ разрушения металлокерамического твердого сплава // Материаловедение № 6. 2016. С. 16-22.
5. *Григорoв И.Г., Зайнулин Ю.Г., Григорoв А.И.* Исследование изображений микротрещин Палмквиста методом фрактального анализа // ЗЛДМ № 1 (I). 2018. Том 84. С. 47-49.

Влияние длительного космического полета на состояние миелиновых волокон спинного мозга и седалищного нерва мыши

Г.Ф. Шаймарданова¹, О.В. Тяпкина¹, П.Н. Резвяков², Р.Р. Исламов²,
Е.Е. Никольский¹

¹ КИББ ФИЦ КазНЦ РАН, 420111 г. Казань ул. Лобачевского, 2, Россия

² ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России, 420012 г. Казань,
ул. Бутлерова, 49, Россия

Невесомость – один из факторов, влияющих на человека, находящегося в космическом пространстве, рассматривается как причина развития гипогравитационного двигательного синдрома (ГДС). В условиях, имитирующих невесомость, подавляется экспрессия широкого спектра генов в мотонейронах поясничного отдела спинного мозга, среди них гены, кодирующие белки миелиновых оболочек. [1], установлено, что ключевую роль при формировании расстройств функции скелетной мускулатуры играет нарушение миелинизации двигательных нервных волокон [2]. Молекулярные механизмы влияния нервной системы на запуск и развитие ГДС остаются до конца неизученными.

Цель исследования: оценить состояние спинного мозга и седалищного нерва мышей после 30-суточного космического полета на биоспутнике БИОН-1М методом ТЭМ.

В крупных волокнах спинного мозга хорошо видны морфологические признаки начавшейся демиелинизации, выявленные в тонком пучке, переднем спинно-мозжечковом пути и заднем корково-спинномозговом пути. Морфометрия волокон белого вещества спинного мозга показала, некоторое снижение, статистически достоверное в переднем спинно-мозжечковом пути, всех показателей (диаметр миелинового волокна, диаметр осевого цилиндра, толщина миелиновой оболочки, миелиновый индекс) в опыте по сравнению с контролем. Электронно-микроскопическое исследование спинного мозга выявило более выраженные ультраструктурные изменения в крупных миелиновых волокнах (диаметр 2-10 мкм). Встречаются нервные волокна, миелиновая оболочка которых сильно расслоена, осевые цилиндры деформированы, а митохондрии и микротрубочки разрушены. Миелиновая оболочка волокон диаметром менее 2 мкм более сохранна, плотно прилежит к осевым цилиндрам. В аксонах, имеющих выраженные признаки деструкции миелина, присутствуют митохондрии с измененной структурой. Возможно, нарушение клеточного дыхания в условиях невесомости играет основную роль в развитии ГДС, что требует отдельного исследования.

В миелиновых волокнах седалищного нерва наблюдали расслоение миелина и частичное отхождение осевых цилиндров от первого слоя мембран миелиновой оболочки. ТЭМ морфометрия выявила различный характер распределения волокон по толщине миелиновой оболочки в опытной и контрольной группах. В контроле преобладают волокна с толщиной миелина от 1 до 3 ед., представленные приблизительно в равной пропорции. В опытной группе распределение характеризуется выраженным максимумом числа волокон с толщиной миелина 2 ед. и длинным хвостом в сторону больших значений до 5 ус ед. (1 ед = 0.4 мкм). Характерно, что появление в опытной группе волокон с толстой миелиновой оболочкой сопровождается уменьшением диаметра волокон: максимальный диаметр волокон в контрольной группе 12 мкм, в опытной – 8 мкм. Для животных обеих групп является характерным наличие, в среднем, пропорциональности между диаметром волокна и толщиной миелиновой оболочки, определяемое как угол наклона линейной регрессии, который в опыте меньше, чем в контроле. В опыте обнаруживаются отдельные волокна с очень толстой оболочкой, у которых пропорциональность между диаметром волокна и толщиной миелиновой оболочки, существенно нарушена. При построении регрессии эти волокна не учитывали. Такого рода изменения миелиновых оболочек носят необратимый характер. Таких волокон мало.

Выводы: 1. Пребывание мышей в течение 30 суток в условиях невесомости вызывает прогрессирующую деструкцию миелина нервных волокон.

2. Выявлена различная направленность сдвигов морфологических характеристик миелиновых волокон в спинном мозге и в седалищном нерве. Волокна седалищного нерва реагируют увеличением толщины миелина, нейродегенеративные изменения волокон спинного мозга сопровождаются разрушением митохондрий.

3. При длительных полетах необходимо применять нейропротекторные мероприятия.

Работа поддержана грантом РФФИ № 17-04-01404 А

Список литературы

1. Р.Р. Исламов, О.А. Гусев, А. Танабе, М. Терада, О.В. Тяпкина, К. А. Петров, А.А. Ризванов, И.Б. Козловская, Е.Е. Никольский, А.И. Григорьев. Полногеномное исследование экспрессии генов поясничного отдела спинного мозга мышей после 30-суточного космического полета на биоспутнике БИОН-1М // ДОКЛАДЫ АКАДЕМИИ НАУК, 2014. – Т. 458. № 6. – С. 1–3.
2. Г.Ф. Шаймарданова, Р.Р. Исламов, Е.Е. Никольский, Ю.А. Чельшев. Ультраструктура миелиновых волокон поясничного отдела спинного мозга мыши при опорной разгрузке задних конечностей // Морфология, 2015. – Т. 147. № 3. – С. 87.

Ультраструктура дермальных желез водяного клеща *Limnochares aquatica* (L., 1758) (Acariformes, Limnocharidae) и их функциональное значение

А.Б. Шатров¹

¹ Федеральное Государственное бюджетное учреждение науки Зоологический институт Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, Россия

Дермальные, или кожные, железы – синапоморфия водяных клещей Hydrachnidia, развившаяся *de novo* после освоения их предками водной среды [1]. Точные функции дермальных желез неизвестны, но предполагается, что, в основном, это защита от хищников [2]. Если у подавляющего числа групп водяных клещей дермальные железы олигомеризованы и имеют признаки сегментарной организации, то у *L. aquatica* они, наоборот, множественны и расположены неупорядоченно преимущественно в задней части тела. Считается, что выводное отверстие дермальных желез у всех водяных клещей снабжено особым триггер-волоском.

Дермальные железы водяных клещей *L. aquatica* были изучены посредством SEM, TEM и светооптических методов на базе ЦКП «Таксон» при ЗИН РАН (http://www.ckp-rf.ru/ckp/3038/?sphrase_id=8879024).

Выводное отверстие дермальных желез продолговатое, ориентировано произвольно по отношению к оси тела клеща и состоит из нескольких продольных складок кутикулы. Чрезвычайно характерно, что на одном из полюсов это отверстие снабжено либо неотрихическим волоском, главным образом, на вентральной стороне тела, либо, гораздо чаще, простым кутикулярным шипиком (Рис. 1а), не несущим рецепторной функции. Непосредственно под отверстием железы находится свободное пространство, аналог внутриальвеолярной полости, которое имеет кутикулярную арматуру в виде многогранника с радиальными лучами, обращенными внутрь железы.

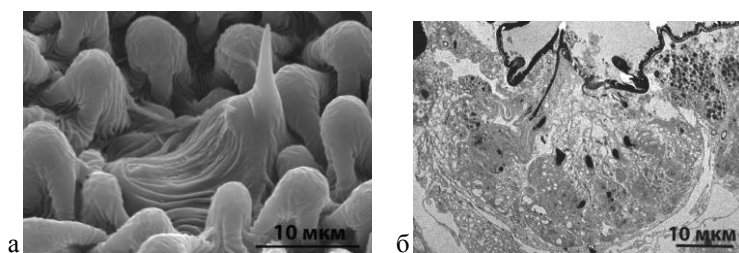


Рис. 1. Отверстие дермальной железы, а (SEM) и сама железа, б (TEM)

Все железы организованы принципиально одинаково и образованы клетками, ориентированными вокруг срединной полости, что в целом сходно с фигурой плода инжира с основанием, обращенным в полость тела (**Рис. 1б**). Вместе с тем, железы имеют существенные различия в зависимости от их функционального состояния, связанного с накоплением и высвобождением секрета. У желез без секрета клетки имеют сильно складчатые границы, содержат большое количество параллельно ориентированных микротрубочек и светлых вакуолей, а также отдельные электронно-плотные гранулы. Синтетический аппарат развит слабо. При накоплении секрета, вакуоли заполняются электронно-плотным гранулярным или комковатым секретом, объединяются и вытесняют цитоплазматический компартмент с микротрубочками к периферии клетки, который тонким тяжом окаймляет огромные вакуоли с секретом. Границы клеток значительно растягиваются и выравниваются. Далее секрет поступает во внутриальвеолярную полость. Заключительное состояние секреторного цикла – это абсолютно пустые клетки и, соответственно, сами железы с тончайшей полоской цитоплазмы по периферии.

Поскольку *L. aquatica* это один из наиболее примитивных представителей водяных клещей, множественность и однородность дермальных желез следует рассматривать как примитивный признак. Отсутствие камбиальных элементов предполагает невозможность регенерации отдельно взятой железы после завершения ею секреторного цикла, что в естественном физиологическом состоянии компенсируется большим количеством самих желез. Предполагается, что дермальные железы служат для производства нитчатого секрета [3], точные механизмы выведения которого и его функциональная роль остаются пока неизвестными.

Настоящее исследование выполнено при поддержке РФФИ по проекту № 18-04-00075-а.

1. O. Lundblad. Über die Anatomie von *Arrhenurus mediorotundatus* und die Hautdrüsen der *Arrhenurus*-Arten. Z. Morphol. Ökol. Tiere, 1930, 17, 302-338.

2. H.C. Proctor, N. Garga. Red, distasteful water mites: did fish make them that way? Exp. Appl. Acarol., 2004, 34, 127-147.

3. A.B. Shatrov, E.V. Soldatenko, O.V. Gavrilova. Morphology of tube-like threads related to *Limnochares aquatica* (L., 1758) (Acariformes: Hydrachnidia:Limnocharidae) in the laboratory. J. Nat. Hist., 2016, 50, 2199-2214.

Особенности структурной организации мышечных клеток червей-волосатиков *Gordionus alpestris*.

Ч.М. Эльдаров¹

¹ «Научно-исследовательский институт физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского МГУ, 119992, г. Москва, Ленинские горы 1, стр. 50

В настоящее время широко известна важная роль активных форм кислорода (АФК) в развитии процессов старения, а также множества патологий в различных органах и тканях. Так, в мышечной ткани. АФК являются одним из главных факторов развития саркопении, -одной из самых распространённых возрастных патологий мышечной ткани, которая характеризуется постепенным снижением мышечной массы и ослаблением мышечной активности. Одним из интересных направлений исследования действия АФК на мышечные клетки является сравнительный анализ ультраструктуры мышечной ткани при различных уровнях экзогенных АФК. Подходящей моделью для подобного исследования является пресноводный червь-волосатик *Gordionus alpestris*, сочетающий в своем жизненном цикле паразитическую гипоксическую стадию и свободноживущую нормоксическую. Несмотря на уникальные особенности данной модели, в настоящее время в литературе есть только данные по ультраструктуре кутикулы *Gordionus alpestris* [2], а данные по ультраструктуре мышечной ткани этого организма или подобных ему животных со смешанным жизненным циклом, отсутствуют. Нами было проведено ультраструктурное исследование мышечной ткани личиночной формы волосатиков и выявлены особенности мышечной ткани этих животных, ранее не описанные в литературе. На поперечном срезе мышечный слой *Gordionus alpestris* имеет гребневидную форму, образованную гладкомышечными клетками, имеющими необычную структуру. Миофибриллы представлены отдельными пучками, расположенными по периферии мышечных клеток. В центре клеток располагается скопление митохондрий и крупное ядро. При исследовании продольных срезов было показано, что ядро имеет длинную вытянутую форму и простирается вдоль продольной оси тела червя. Пучки миофибрилл имеют выраженную поперечную исчерченность. Четко видны Z-диски и H-зоны. При этом, пучки миофибрилл идут параллельно друг другу вдоль продольной оси тела животного и отделены друг от друга участками цитоплазмы. Подобная структура не описана ни для одного вида гладкомышечных клеток.

1. E. Marzetti, J. C. Y. Hwang, H. A. Lees, et. al. Mitochondrial death effectors: Relevance to sarcopenia and disuse muscle atrophy, *Biochim. Biophys. Acta - Gen. Subj.*, (2010), 1800(3), 235–244.

3. Е.А. Гузеева Ультраструктура кутикулы пресноводных волосатиков *Gordionus alpestris* (Villot, 1885) (Nematomorpha), *Паразитология*, (2015), 49(1), 42–48.

Растровая микроскопия децеллюризованного лёгкого крысы для использования в тканевой инженерии и культивировании клеток

А.А. Яценко, С.С. Целуйко, Е.М. Устинов, Д.В. Леонов, В.А. Кушнарв.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Амурская государственная медицинская академия» Министерства здравоохранения Российской Федерации, Россия, г. Благовещенск. Молодёжный инновационный центр

Регенеративная медицина – стремительно развивающаяся отрасль трансляционной медицины, направленная на восстановление утраченных или повреждённых тканей и целых органов. Тканевая инженерия, являющаяся частью регенеративной медицины, ставит своей целью создание аутологичных тканевых трансплантатов, объединяющих в себе три компонента: клетки различных тканей, подложки из биополимеров, а также биологически активные молекулы. Трёхмерные (3D) скаффолды играют важную роль в тканевой инженерии, позволяя контролировать архитектуру всего трансплантата, а также взаимодействие между его отдельными компонентами. Получение 3D-скаффолдов возможно с помощью различных технологий, включающих в себя различные виды биопринтинга, децеллюризацию органов и т.д. Децеллюризация биологических тканей не требует создания сложных инженерных конструкций, благодаря чему, широко используется в трансляционной медицине. Для децеллюризации используется широкий спектр биологических тканей, как животного, так и растительного происхождения. Среди тканей животного, отдельно следует выделить лёгкие, как одни из самых перспективных органов для создания 3D-скаффолдов. Паренхима лёгкого имеет хорошо развитую сетчатую структуру, что облегчает процесс децеллюризации, и в последующем, как скаффолд улучшает адгезию и пролиферацию вновь заселённых клеток.

Целью нашей работы является разработка метода химической децеллюризации тканей лёгкого для получения 3D-скаффолдов пригодных для последующего культивирования клеток и создания аутологичных трансплантатов для решения задач, стоящих перед регенеративной медициной.

Материалы и методы. Отработка методов химической децеллюризации проводилась на лёгких лабораторных беспородных крыс. В отличие от широко используемого для удаления клеток додецилсульфатом натрия, использован клеточный детергент – полисорбат-20 (Реахим). Децеллюризация проводилась следующим образом. После изъятия комплекса органов, состоящего из левого и правого лёгкого, трахеи, и принадлежащих им магистральных сосудов, производилась катетеризация кровеносных сосудов, с последующей пошаговой промывкой 3% полисорбата-20 (Реахим), на 1M фосфатном буфере (Реахим) с антибиотиками и деионизированной водой. Для введения растворов использовался перистальтический насос, позволяющий контролировать скорость подачи

растворов. Помимо децеллюризации лёгкого, как органа в целом, мы оценивали эффективность данного метода при децеллюризации отдельных фрагментов паренхимы лёгкого посредством их пошагового погружения в указанные растворы. Для оценки степени децеллюризации мы использовали как макро-, так и микроскопическую оценку полученных 3D-скаффолдов. Макроскопическая оценка осуществлялась с помощью увеличительного стекла, с увлечением $\times 10$, оценивалась целостность лёгких и фрагментов ткани после процедуры децеллюризации. Микроскопическая оценка включала гистологическое исследование ткани с окраской гематоксилином-эозином и сканирующую электронную микроскопию образцов на растровом электронном микроскопе S3400 (Hitachi, Япония), для оценки ультраструктуры полученных 3D-скаффолдов.

Результаты. Анализ полученных нами данных мы осуществляли на основе уже существующих в научном сообществе требований к 3D-скаффолдам, полученных путём децеллюризации лёгких, а именно, степень сохранения упорядоченности внеклеточного матрикса (ВКМ) и степень удаления клеток из органа или ткани. Помимо этого, нами был произведён сравнительный анализ эффективности нашей методики, в сравнении с другими методами, в основе которых лежит использование додецилсульфата натрия в качестве основного детергента. В итоге нами были получены неоднозначные результаты. Использование полисорбата-20 в качестве основного детергента показала лучшую эффективность при децеллюризации отдельных кусочков паренхимы лёгкого (Рис. 1.), и низкую эффективность при децеллюризации путём введения детергента через магистральные сосуды, в сравнении с додецилсульфатом натрия (Рис.2)

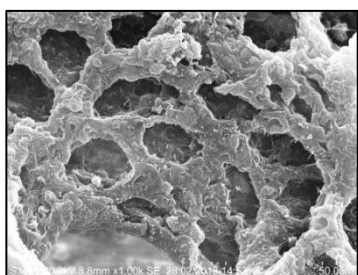


Рис. 1.

Выводы. Подготовка скаффолдов, состоящих из ВКМ, требует децеллюляции тканей исходного органа. Поскольку исходные ткани для скаффолдов обычно являются аллогенными или ксеногенными по происхождению, желательна максимальная степень удаления клеток. По результатам нашей работы, использование полисорбата-20 в качестве основного детергента возможно для подготовки скаффолдов небольшого размера, используемых для последующей культивации клеток, ввиду наибольшей эффективности, относительной доступности и меньшим повреждающим действием на ВКМ при децеллюризации отдельных фрагментов паренхимы лёгкого.

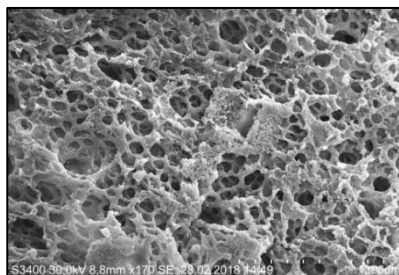


Рис.2

Секция 3

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

Phase composition of heat-resistant nickel-base alloy in additive manufacturing

M. V. Rashkovets, A. A. Nikulina

Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, pr. K. Marksa, 20

High-speed direct laser deposition additive manufacturing is based on directed energy deposition, where the laser beam is used for partial melting of initial powder [1].

The Ni-Cr-Mo alloy system is a complex heat-resistant nickel-base alloy, which is strengthened by the solid solution and precipitating simultaneously. All alloying elements give strengthening of the solid solution by distortion of lattice matrix. In this case, strengthening can be caused by increase in an atomic diameter, measured by the expansion of the lattice, volume of electron holes or position of an alloying element in the periodic table [2]. Precipitating of such alloys is carried out by formation of an intermetallic phase with the type of A_3B . This phase has a face-centered cubic lattice and small discrepancies of lattice parameters with matrix (about 0.1 %). A small change in the size factor of the nickel matrix during the isolation of precipitating phase is due to the presence of the 3d orbitals of nickel [2-3].

Phase composition and structure of heat-resistant nickel-base alloy, obtained by high-speed direct laser deposition, is considered in the present work. Base operating parameters were static: scanning speed – 1,2 mm/sec, powder feed rate – 45 g/min, laser beam – 1,2 mm. The laser power was changed from 250 to 750 W.

According to X-ray analysis the matrix is solid solution based on nickel. The crystal lattice parameters are distorted by alloying elements as it was seen in small divergence between the experimental and theoretical peaks on $\Delta 2\theta = 1.58^\circ$.

Precipitating γ' -phase located inside nickel matrix (fig. 1), a large amount of dislocation (fig. 2) and twinning (fig. 3) were revealed during investigation of the samples by transition electron microscopy.

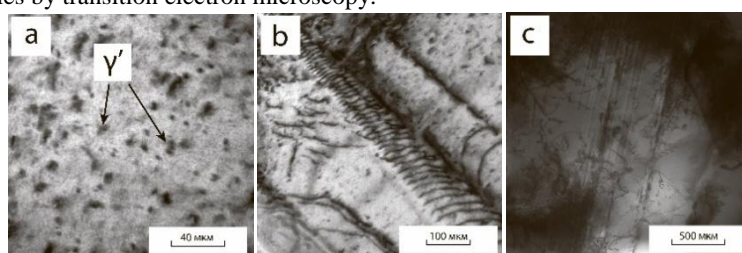


Fig. 1 TEM of the as-deposited samples: precipitating particles of γ' -phase (a); dislocation (b); twinning (c).

In the intermetallic phase with the type of A_3B electronegative chemical elements such as nickel, cobalt correspond to position A, while electropositive elements of aluminum, titanium or niobium occupy position B. Usually precipitating γ' -phase of nickel-base alloys has chemical ratio of $(Ni, Co)_3(Al, Ti)$ where nickel and aluminum is predominant [2]. It is confirmed by the results obtained after identification of electron diffraction pattern of the as-deposited samples (Fig. 2a, b), where the strengthening phase was identified as Ni_3Al .

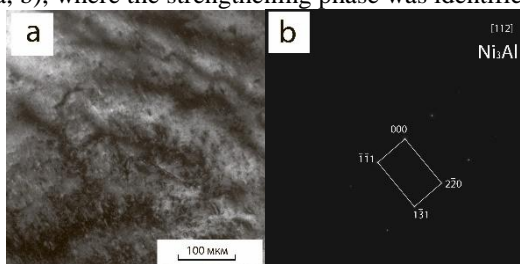


Fig. 2 TEM of the as-deposited samples: bright field (a); diffraction pattern (b).

According to the results of TEM, the presence of carbides with the chemical formula Cr_7C_3 , which are randomly located in the material, is found (Fig. 3 a, b).

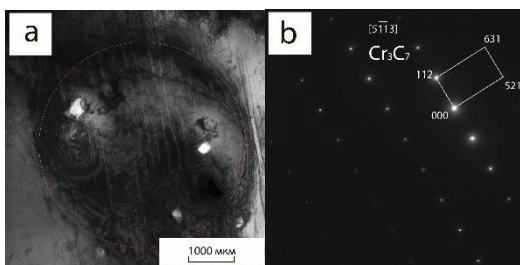


Fig. 3 TEM of the as-deposited samples: bright field (a); diffraction pattern (b).

Reference:

1. ISO/ASTM 52900:2015, Additive manufacturing. General principles. Terminology, IDT. – Moscow: Publishing house of standards, 2017. – 16 p.
2. Sims Ch., Hagel W. The Superalloys. – New York : Wiley – Interscience, 1972. – 614p.
3. Kolachev BA, Elagin VI, Livanov VA. Metallurgy and heat treatment of non-ferrous metals and alloys // Textbook for Universities. 3rd Ed. M.: MISiS, 1999. P. 416. (In Russian).

Исследования слоёв и наночастиц пористого кремния (por-Si) методом электронной микроскопии

Е.Н. Абрамова¹, В.В. Артемов^{1,2}, А.М. Хорт¹, А.Г. Яковенко¹, Е.А. Слипченко¹

¹Московский технологический университет. Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

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

В последнее время наблюдается повышенный интерес к наноразмерным структурам на основе различных материалов. Повышенное внимание уделяется и пористым системам, в частности, por-Si, что связано с его уникальными свойствами, которые обуславливают широкий спектр областей потенциального применения данного материала, одним из которых является адресная доставка лекарственных средств к патологическим зонам организма человека [1,2].

При изготовлении наночастиц por-Si для адресной доставки лекарств необходимо обеспечить параметры материала (радиальные и осевые размеры пор, плотность распределения пор и, соответственно, толщина стенок между порами, размер наночастиц) с учётом размеров молекул лекарств и их адсорбционных свойств.

Для изготовления por-Si электрохимическим травлением использовался исходный Si_n- и p-типов проводимости с удельным сопротивлением (0.01÷100) Ом·см, кристаллографических ориентаций (100) и (111) [3].

Исследования размеров, формы, ориентации пор проводились с использованием электронной и оптической микроскопии (электронный микроскоп марки Jeol 2007 и оптический микроскоп ПОЛАМ Р 312).

Было установлено, что концентрация примеси в n-типе Si оказывает преобладающее влияние на радиальные размеры пор, которые варьируются от единиц до сотен нанометров. В p-типе Si при различных концентрациях примеси радиальные размеры пор практически не изменяются и составляют порядка 10-30 нм.

Плотность распределения пор значительно зависит от концентрации легирующей примеси и напряженности электрического поля на поверхности, которое варьируется с использованием диафрагм различного диаметра или изменения расстояния между электродами.

Осевые размеры пор определяются продолжительностью процесса травления.

Направление роста пор зависит от кристаллографической ориентации пластины: при (100) поры расположены перпендикулярно поверхности пластины, при (111) – под углом к поверхности.

Таким образом установлено, что выбранные условия травления и параметры исходного кремния позволяют получать por-Si с характеристиками, требуемыми для загрузки лекарств.

Для получения частиц использовалась УЗ-обработка слоев por-Si. Получение наночастиц por-Si необходимых размеров требует дальнейших исследований.

1. *L. Canham Handbook of porous silicon.* Springer International Publishing, Switzerland, 2014, 1024 p.
2. *А.А. Иценко, Г.В. Фетисов, Л.А. Асланов Нанокремний: свойства, получение, применения, методы исследования и контроля.* М.: Физматлит, 2011, 647 с.
3. *E. N. Abramova et al J. Phys.: Conf. Ser.* 945, 2018, 012001

Влияние Nb на кристаллизацию аморфного сплава системы Co-Fe-Si-B-Nb.

Г.Е. Абросимова, Н.А. Волков, А.С. Аронин, Н.Н. Орлова

Институт физики твердого тела РАН, г. Черногловка, Московская обл., Россия

Аморфные сплавы на основе железа и кобальта (Fe-Si-B, Co-Si-B) являются весьма перспективными материалами для промышленного применения. Они имеют хорошие магнитные свойства, которые могут быть улучшены при выделении в аморфной фазе нанокристаллов и формировании, таким образом, аморфно-нанокристаллической структуры [1-3]. Традиционные методы термообработки для получения нанокристаллической структуры не позволяют получить требуемые структурные параметры, однако такая структура может быть создана при внесении различных легирующих элементов. Настоящее исследование посвящено изучению влияния легирующих элементов на структуру, формирующуюся на начальных стадиях кристаллизации аморфных сплавов указанной группы.

Кристаллизация аморфных сплавов системы Co-Si-B-Fe с различным содержанием Nb исследовалась методами рентгенографии и просвечивающей электронной микроскопии. Было установлено, что структура, образующаяся на первой стадии кристаллизации существенно зависит от концентрации ниобия: в сплаве, содержащем 2-5 ат.% Nb, после первой стадии кристаллизации структура является практически двухфазной и содержит помимо аморфной фазы только нанокристаллы ОЦК-фазы. При уменьшении концентрации ниобия до 1% появляется небольшое количество дополнительных кристаллических фаз, в то время как образец, не содержащий ниобия, после первой стадии кристаллизации уже является многофазным. Обнаруженная ОЦК фаза наблюдалась ранее при соотношении компонентов Co:Fe, не более 2:1, например, 65% Co и 35% Fe [1, 3]. В исследованных нами сплавах это соотношение равно примерно 10:1. Ранее образование ОЦК фазы при столь малой концентрации железа в сплавах на основе кобальта не наблюдалось. Полученный результат напрямую зависит от содержания ниобия в составе сплава, при этом и доля нанокристаллической ОЦК фазы растет с увеличением концентрации ниобия.

Обнаружена также зависимость размера нанокристаллов от концентрации ниобия (рис. 1, 2). Проведенные исследования с помощью просвечивающей электронной микроскопии показали, что при увеличении

концентрации ниобия с 1% до 5% средний размер нанокристаллов уменьшается с 39 нм до 15 нм.

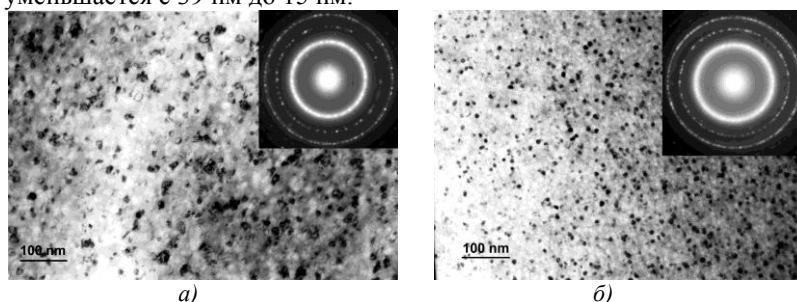


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплавов $\text{Co}_{70}\text{Fe}_7\text{Si}_{12}\text{B}_9\text{Nb}_2$ после часового отжига при 500°C (а) и $\text{Co}_{67}\text{Si}_{12}\text{B}_9\text{Fe}_7\text{Nb}_5$ после часового отжига при 550°C (б).

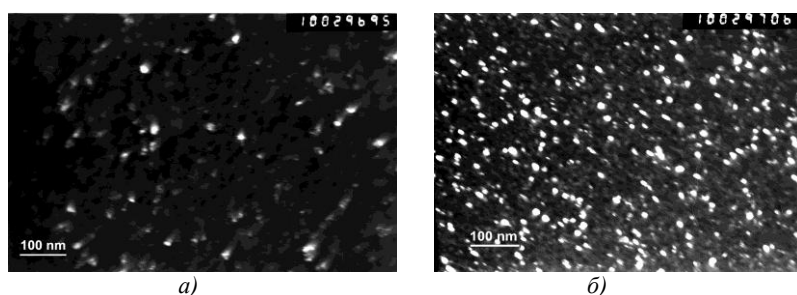


Рис. 2. Электронно-микроскопические темнопольные изображения микроструктуры сплавов $\text{Co}_{70}\text{Fe}_7\text{Si}_{12}\text{B}_9\text{Nb}_2$ после часового отжига при 500°C (а) и $\text{Co}_{67}\text{Si}_{12}\text{B}_9\text{Fe}_7\text{Nb}_5$ после часового отжига при 550°C (б).

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 (2014) 649.
2. R. Nowosielski, A. Zajdel, S. Lesz, B. Kostrubiec, Z. Stoklosa, Crystallization of amorphous $\text{Co}_{77}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{11.5}$ alloy, *Archives of Mater. Sci. Eng.* 28 (2007) 141-148.
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, 2005, pp.111-121

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант 17-43-500809)

Структура и транспортные свойства твердых растворов ZrO_2 легированных Sc_2O_3 и CeO_2

Д. А. Агарков¹, М. А. Борик², В. Т. Бублик³, С. И. Бредихин¹, А. В. Кулебякин², И. Е. Курицина¹, Е. Е. Ломонова², Ф.О. Милович³, В. А. Мызина², В. В. Осико², Н. Ю. Табачкова³

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

2 Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, г. Москва, Россия

3 Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" г. Москва, Россия

Материалы на основе диоксида циркония находят широкое применение в качестве твердого электролита для твердооксидных топливных элементов (ТОТЭ). Одной из важных прикладных задач является разработка новых материалов, обладающих максимальной ионной проводимостью, с целью понижения рабочей температуры твёрдых электролитов, что повышает их рабочий ресурс, упрощает конструкцию и понижает стоимость материалов, используемых при изготовлении ТОТЭ. Керамические материалы на основе ZrO_2 с Sc_2O_3 , показывают наибольшую проводимость в диапазоне средних температур. Однако существенным недостатком этого материала является деградация электрофизических свойств в условиях длительной эксплуатации, обусловленная нестабильностью фазового состава. Для материалов с максимальной проводимостью в области составов ZrO_2 -(10-12) мол.% Sc_2O_3 характерен переход кубической фазы в ромбоэдрическую фазу, сопровождающийся значительным уменьшением проводимости. Одной из наиболее привлекательных систем, обладающих высокой ионной проводимостью при температурах 900-700°C, является система Sc_2O_3 - CeO_2 - ZrO_2 .

Целью данной работы является синтез кристаллов системы Sc_2O_3 - CeO_2 - ZrO_2 и исследование их структуры и физико-химических свойств, в том числе транспортных.

Кристаллы твердых растворов $(ZrO_2)_{1-x-y}(Sc_2O_3)_x(CeO_2)_y$ ($x = 0.08-0.10$; $y = 0.005-0.015$) были получены методом направленной кристаллизацией расплава в холодном контейнере. Структуру и фазовый анализ исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и методом спектроскопии комбинационного рассеяния.

В работе показано, что при синтезе из расплава в исследуемом диапазоне составов не удалось получить оптически однородных, прозрачных кристаллов. При суммарной концентрации стабилизирующих

оксидов выше 10 мол.% в кристаллах наряду с кубической фазой присутствовала ромбоэдрическая фаза, а при суммарной концентрации меньше 10 мол.% - кубическая и тетрагональная. На **рис. 1** приведены изображения кристаллов 10ScSZ, 10Sc0.5CeSZ и 10Sc1CeSZ, которые содержат ромбоэдрическую фазу. В кристалле 10ScSZ (**рис. 1а**) ромбоэдрическая фаза присутствует в виде вытянутых включений в кубической матрице. Эти включения расположены равномерно по всему объему кристалла. В кристалле 10Sc0.5CeSZ (**рис. 1б**), содержащем, в основном ромбоэдрическую фазу, наблюдаются крупные двойники, характерные для ромбоэдрической фазы. На **рис. 1в** видна граница между кубической и крупными двойниками ромбоэдрической фазы. При этом необходимо отметить, что в отличие от кристалла 10ScSZ, в кристалле 10Sc1CeSZ крупные области ромбоэдрической фазы были распределены неоднородно по длине кристалла и были расположены в основном в верхней части кристалла.



Рис. 1. Изображения ПЭМ кристаллов: а - 10Sc1CeSZ, б - 10Sc0.5CeSZ, в - 10ScSZ.

Показано, что легирование твердых растворов ZrO_2 - Sc_2O_3 оксидом церия приводит к увеличению проводимости для всех исследуемых составов, по сравнению с проводимостью кристаллов на основе ZrO_2 стабилизированных только Sc_2O_3 . При фиксированном значении содержания оксида церия проводимость кристаллов растет с увеличением концентрации Sc_2O_3 . Уменьшение концентрации оксида церия от 1.0 до 0.5 мол.% приводит к увеличению высокотемпературной проводимости кристаллов во всем исследуемом диапазоне составов. Максимальную проводимость имели кристаллы 10Sc0.5CeSZ, однако они содержали значительное количество ромбоэдрической фазы.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ №16-13-00056 и РФФИ №18-32-00533 мол_а.

Кинетика кристаллизации получаемых в электрическом поле аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$

Э.Ш. Алекперов¹, А.М.Назаров², С.С. Фарзалиев²

¹ Бакинский государственный университет, AZ1148, г. Баку, ул. акад.З.Халилов23, Азербайджан

² Институт физики НАНА, AZ1143, г. Баку, пр. Г.Джавид131, Азербайджан

Большой интерес в области оптоэлектроники к нанотолщинным полупроводниковым плёнкам, входящим в группу соединений $A^{III}B^{III}C_2^{VI}$, в технике обусловил исследование структурных характеристик этих веществ [1,2]. Как известно, изменением технологического процесса получения плёнок, а также легированием удаётся модифицировать структуру соединений. Одним из наиболее подходящих методов исследования в данном направлении является электронографический метод. Нами рассмотрено влияние легирования атомов олова в указанном концентрационном интервале на термическую устойчивость и кинетические параметры кристаллизации аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$ ($x=0.02\div 0.09$), получаемых в электрическом поле. Исследуемые аморфные плёнки толщиной ~ 30 нм были получены в вакууме 3×10^{-5} Па термическим методом на подложках из свежих сколов NaCl и KCl, находящихся при температуре $230\div 323$ К, при воздействии внешнего постоянного электрического поля напряжённостью 3000 В см⁻¹. Постоянное электрическое поле создавалось между двумя параллельными медными обкладками плоского конденсатора, расположенного в испарителе ВУП-5. Время осаждения составило $5\div 20$ секунд. На полученные плёнки для предотвращения испарения легколетучего компонента и окислительных процессов в результате последующей термообработки плёнок сверху и снизу наносили плёнку углерода.

Кинетика кристаллизации аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$ исследована методом кинематической электронографии на электронографе марки ЭМР-102 с электрической регистрацией интенсивностей дифракционных линий, возникающих в результате кристаллизации аморфной фазы. Температура кристаллизации аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$ ($x=0.02\div 0.09$), полученных в разных условиях, соответствует моноклинной, тетрагональной и ромбической сингониям. Следует отметить высокое качество электронограмм, полученных от плёнок, осаждённых на подложку KCl. На кинематических электронограммах прослеживается фазовое превращение, т.е. наблюдаются изменения количества и интенсивностей линий растущей кристаллической фазы. При изотермической термообработке аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$, кристаллизующихся моноклинной (I), тетрагональной (II) и ромбической (III) элементарной ячейкой, были сняты кинематические электронограммы. Для изучения кинетики кристаллизации аморфных плёнок $TIn_{1-x}Sn_xS_2$ ($x=0.02\div 0.09$)

получены изотермические кинематические электронограммы при температурах в интервале от 380К до 468К. Пороговая температура для моноклинной фазы плёнок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$, осажденных на KCl, составляла 483К. При этом происходила моментальная кристаллизация аморфной плёнки, не позволяющая проследить динамику процесса фазового превращения, т.е. снять кинематическую электронограмму. Для интерпретации электронограмм проводятся измерения интенсивности, радиуса рефлексов и т.д. Ссылаясь на данные интерпретации кинематических электронограмм, полученных после термообработки аморфных плёнок, определены периоды элементарной ячейки поликристаллического образца, которые имеют значения, соответствующие моноклинной сингонии, а именно: $a=0.786\div 0.817$; $b=0.783\div 0.814$; $c=2.433\div 2.535$ нм, ПГС $P2_1/m$. Для построения изотерм кристаллизации с последующим определением кинетических параметров фазовых превращений получены изотермические кинематические электронограммы от аморфных плёнок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$ при температурах в интервале от 388К до 480К, которым соответствует переход аморфной фазы в поликристаллическую. Электронограммы от поликристаллических плёнок индцировались на основе тетрагональной решетки с периодами $a=0.777\div 0.808$; $c=3.012\div 3.138$ нм, ПГС $I4mcm$. С целью построения изотермических кривых кристаллизации аморфных плёнок ромбической фазы $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$ были получены кинематические электронограммы при температурах в интервале от 393К до 483К. Электронограммы, снятые от закристаллизованных плёнок, в этом случае индцируются на основе ромбической элементарной ячейки с периодами $a=0.664\div 0.691$; $b=0.385\div 0.401$; $c=1.512\div 1.576$ нм, ПГС D_{6h}^2 . Соответственно были определены энергия активации зародышеобразования, энергия роста кристалликов и в итоге общая энергия активации, которая в зависимости от степени легирования меняется, т.е. для плёнок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$ ($x=0.02\div 0.09$) с моноклинной сингонией $E_{\text{общ}}=49.61\div 53.84$ ккал / моль, с тетрагональной сингонией $E_{\text{общ}}=51.67\div 56.08$ ккал / моль и наконец, с ромбической сингонией $E_{\text{общ}}=52.81\div 57.31$ ккал / моль. Отметим, что для всех сингоний в случае в случае кристаллизации аморфных плёнок происходит трехмерный рост кристалликов. Обнаружено, что электрическое поле положительно влияет на термическое осаждение вещества на подложки, так как в последующем при кристаллизации аморфных плёнок энергия активации снижается на 7-9 %.

1. *А.М. Филачев, И.И. Таубкин, М.А. Трищенко.* Твердотельная фотоэлектроника. М.:Физматкнига, 2012. 363 с.
2. *Р.М. Имамов, А.С. Авилов, С.А. Семилетов.* Современная электронная микроскопия в исследовании вещества. М.: Наука, 1982. 73с.

Нанюглерод в структуре алюмоматричного порошкового композита

А.С. Аронин¹, И.М. Аристова¹, В.В. Васенев², В.Н. Мироненко²

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

² ОАО «Композит», г. Королев, Московская обл., Россия

Композиционные материалы (КМ), предназначенные для использования в точном приборостроении, должны обеспечить размерную стабильность в течение срока службы. Одним из распространенных способов создания КМ являются методы порошковой металлургии. Среди материалов с низким температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) 10-13 ppm/°C большой интерес представляют легкие алюмоматричные заэвтектические порошковые КМ Al-Si-Ni с высоким содержанием кремния - до 45% (масс), который эффективнее большинства других компонентов способствует понижению ТКЛР. Особенности технологии получения порошка методом скоростной кристаллизации матричного заэвтектического силумина Al, 25-30% Si, 5-8% Ni (масс) ограничивают содержание в нем кремния 30% (масс). Свыше 30% кремний вводится в матрицу активационным механическим легированием в высокоэнергетических аппаратах. Для снижения степени агломерирования частиц порошка в этом процессе, а также для предотвращения налипания материала на шары и стенки размольных стаканов обычно используются поверхностно-активные вещества (ПАВ), исполняющие роль технологической смазки (стеарины, парафины). Для получения объемных алюмоматричных КМ используется метод последующего горячего прессования полученных порошков в высоком вакууме. Однако при этом традиционные органические ПАВ частично разлагаются с образованием водорода, который является причиной чрезмерной остаточной водородной пористости (более 5%) готового продукта, что негативно влияет на прочностные и коррозионные свойства материала. В связи с этим привлекательно использование при совместной механоактивационной обработке в качестве ПАВ наноразмерного углерода, в частности, восстановленного оксида графена (ВОГ), обладающего высокой смазывающей способностью, низким коэффициентом трения и развитой поверхностью частиц. ВОГ - нанюглеродный материал, полученный из природного графита посредством его окисления, эксфолиации и термического восстановления. Он отличается высокой дисперсностью материала, высокой (более 500 м²/г) удельной поверхностью по БЭТ.

Наночастицы ВОГ имеют высокое (до 20000) отношение среднего диаметра (от 20 мкм и ниже) к толщине (2-10 атомных слоев).

Экспериментально установлено, что использование ВОГ в количестве 0,5-1% (масс.) позволило предотвратить комкование частиц порошка при механоактивации. По уширению рентгеновских пиков были рассчитаны размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) для основных фаз. В соответствии с расчетами размер ОКР алюминия в среднем равен ≈ 70 нм, кремния ≈ 90 нм. В соответствии с данными, полученными с помощью сканирующей электронной микроскопии, размер и форма частиц меняются в широких пределах (от 20 нм до 10 мкм). С помощью просвечивающей (в том числе высокоразрешающей) электронной микроскопии установлено, что углеродный наполнитель покрывает поверхность частиц алюминия и кремния. Структура поверхностного слоя соответствует структуре графеноподобного углерода (Рис.1). Обнаружено, что толщина слоя может находиться в интервале от нескольких до ста нанометров. Таким образом, оболочка из графеноподобного углерода, располагаясь по границам кристаллитов, работает как барьер, препятствующий комкованию металлических частиц. Это приводит к более интенсивному измельчению кристаллитов и меньшему агломерированию порошков при механоактивации.

Полученные результаты могут служить основой для дальнейших работ, направленных на создание технологии изготовления новых композиционных материалов, содержащих углеродные наночастицы.

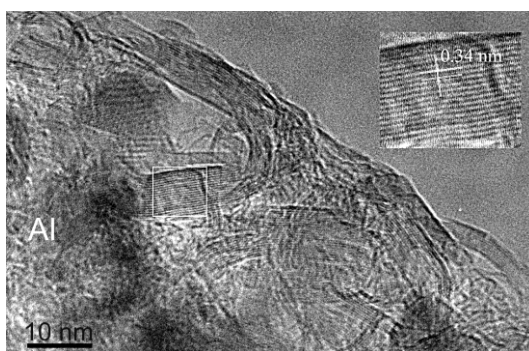


Рис.1. ВРЭМ изображение структуры оболочки на частице алюминия. На вставке показан выделенный участок с большим увеличением.

Получение левитационно-струйным методом и исследование структуры нанопорошков карбида титана

Е.С. Афанасенкова, А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Н.Г. Березкина, О.А. Сафронова, А.А. Дудин

Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН, 119334, г. Москва, Ленинский просп.. 38, корп. 2, Россия

Карбид титана широко используется в технике прежде всего как абразив, заменяющий существенно более дорогой карбид вольфрама, а также в составе высокотемпературных покрытий, керамик и т.д.

Для синтеза нанодисперсного TiC нами был применен разработанный и реализованный в виде автоматизированной установки МИГЕН испарительно-конденсационный левитационно-струйный метод [1, 2]. Синтез TiC проводился путем *in-situ* реакции наэцентованных частиц титана с углеводородами (ацетиленом, метаном, технической пропан-бутановой смесью). Углеводороды вводились непосредственно в газ-носитель в «горячую зону» реактора (схема метода - Рис. 1а), в котором происходит испарение-конденсация титана, с целью обеспечить достаточно высокую для проведения химической реакции температуру.



Целью настоящей работы является исследование влияния параметров газового потока (давление и скорость потока газа-носителя, типа и концентрации углеводорода) на морфологию, распределение частиц по размерам, химический и фазовый составы полученных частиц. Все эксперименты проводились с использованием аргона как газа-носителя при скорости испарения титана 2.27 г/час.

Полученные порошки исследовались методами электронной микроскопии (SEM, TEM, STEM, HRTEM), методом дифракции электронов, методами рентгено-фазового анализа, ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

В зависимости от режимов синтеза, средний размер частиц лежит в диапазоне от 12 до 29 нм (Рис. 1б-1е)

По данным рентгенофазового анализа в состав полученных порошков входят карбид титана TiC (Fm3m), гидрид титана TiH₂(Fm3m), металлический титан (P63/mmc) и различные кристаллические модификации углерода в количестве до нескольких процентов в соотношениях, зависящих от параметров используемых газов.

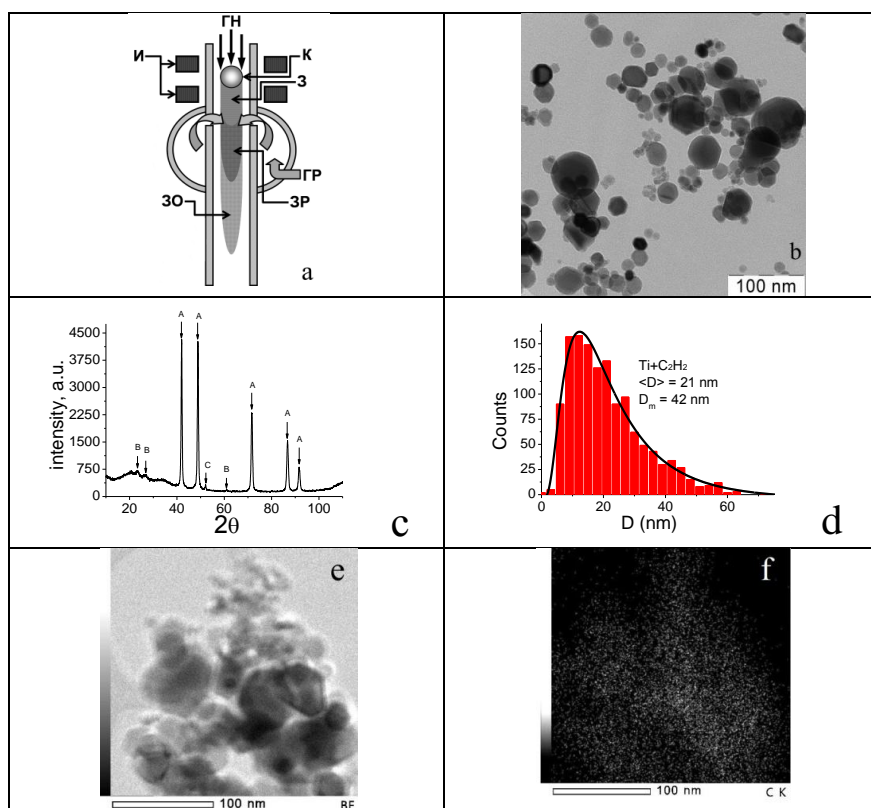


Рис. 1 Получение карбида титана реакцией с ацетиленом: (а) – схема реактора: (ГН – вход газа-носителя, К – капля титана, З – зона конденсации, ЗР – зона реакции, ЗО – зона охлаждения, И – индуктор, ГР – ввод реагента); (б) – изображение ТЕМ, (с) – данные РФА (А – TiC Fm3m, В,С – углерод), (d) – распределение частиц по размеру; (e,f) – STEM изображения: вид на группу частиц и распределение углерода в этой группе соответственно.

1. *М.Я.Ген, А.В. Миллер* Способ получения аэрозолей металлов. Патент АС СССР №814432 БИ. 23.03.81. № 11. Приоритет 19.06.61
2. *А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейтунский, Н.И. Стоенко, В.Б. Сторожев.* Получение ультрадисперсных порошков металлов, сплавов, соединений металлов методом Гена–Миллера: история, современное состояние, перспективы // *Российские Нанотехнологии*, 2012, Т. 7, № 3-4, с.28-37.

Получение левитационно-струйным методом и исследование структуры нанопорошков "сплава" железо-медь

Е.С. Афанасенкова¹, А.Н. Жигач¹, М.Л. Кусков¹, И.О. Лейпунский¹, Н.Г. Березкина¹, О.А. Сафронова¹, А.П. Сиротина², В.С. Белов².

¹*Институт энергетических проблем химической физики им. В.Л. Тальрозе РАН, 119334, г. Москва, Ленинский просп., 38, корп. 2, Россия*

²*Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, г. Москва, ул. Нагатинская, д. 16а, корп. 11, Россия*

Наносплавы медь-железо, получаемые механическим сплавлением наночастиц меди и железа с последующей деформацией, интенсивно исследуются в последнее время [1].

Целью настоящей работы являлась попытка прямого синтеза наночастиц сплава на установке МИГЕН испарительно-конденсационным левитационно-струйным методом [2]. Левитирующая капля расплава одновременно подпитывалась медной (3.8 г/час) и железной (5.8 г/час) проволоками. Температура капли превышала 1600⁰С. Эксперименты проводились в среде аргона при давлении 0.2 ата.

Порошки исследовались методами электронной микроскопии (SEM, TEM), а также методами Оже-электронной спектроскопии (ОЭС), электронографии и рентгенофазового анализа (РФА).

По данным рентгенофазового анализа, порошок состоит из частиц меди (45.2%), α -железа (41.3%), а также небольших количеств Fe₂O₃ (7.1%) и CuFe₂O₄ (6.4%). По данным Оже-электронной спектроскопии в порошке имеются неоднородности состава с латеральным размером 1-3 мкм, представляющие собой области, обогащенные одним из элементов: железом или медью.

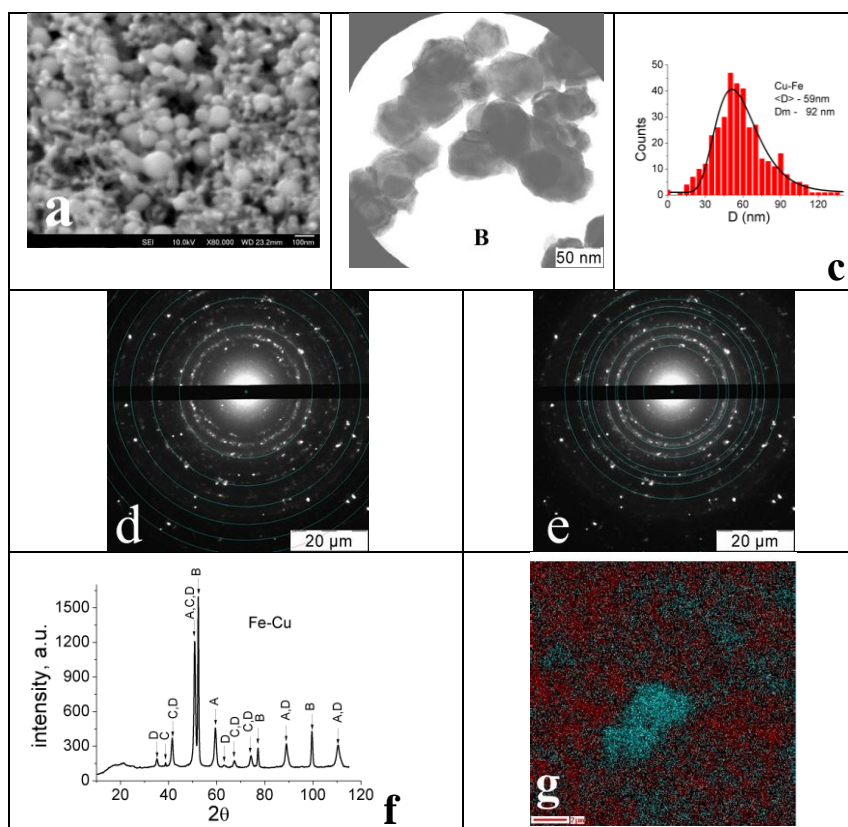


Рис. 1. Результаты исследования нанопорошка железо-медь: (а) – типичное СЭМ изображение; (b) ТЕМ изображение, (с) – распределение частиц по размеру; (d, e) – электронограмма. Кольцами показаны рефлексы Fe- α и Cu₂O, соответственно, (f) – данные РФА: А – Cu, В – Fe- α , С – Fe₂O₃, D – CuFe₂O₄; (g) – карта распределения элементов в нанопорошке. Красные точки – железо, голубые – медь.

1. *Y.R.Uhm, W.W.Kim, C.K.Rhee* Study of mechanically alloyed nano Cu-Fe particles with a heterostructure // *Phys. Stat. Sol. (a)* 201, No. 8, 1802–1805 (2004) / DOI 10.1002/pssa.200304564

2. *А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Н.И. Стоенко, В.Б. Сторожев.* Получение ультрадисперсных порошков металлов, сплавов, соединений металлов методом Гена–Миллера: история, современное состояние, перспективы // *Российские Нанотехнологии*, 2012, Т. 7, № 3-4, с.28-37.

Исследование структуры нанопорошков системы Fe-C, получаемых левитационно-струйным методом.

Афанасенкова Е.С., Жигач, А.Н., Кусков М.Л., Лейпунский И.О., Березкина Н.Г., Сафронова О.А

*Институт энергетических проблем химической физики им.В.Л. Тальрозе РАН,
119334, г.Москва, Ленинский проспект, д.38, корп. 2, Россия.*

Наноразмерные порошки системы Fe-C, в т.ч. частицы железа, покрытого углеродом [1], находят применение в биотехнологических, биомедицинских и некоторых других приложениях. Представляет интерес исследование зависимости морфологии, распределения по размерам, химического и фазового состава получаемых частиц от метода и параметров процесса их синтеза.

В настоящей работе для получения наночастиц системы Fe-C был применен испарительно-конденсационный левитационно-струйный метод [2], в котором используется химическая реакция в потоке горячих насыщенных наночастиц железа с ацетиленом. При типичной скорости испарения железа 0,1 моль/час, давлении в реакторе 0,2 ата, подача ацетилена варьировалась от 0.44 до 0.05 моль/час.

Полученные наночастицы исследовались методами ПЭМ, электронографии и рентгенофазового анализа (Рис.1). В зависимости от условий экспериментов получались, как частицы с высоким (более 70%) содержанием карбидов железа, так и частицы с углеродным покрытием, целиком состоящие из железа.

Средние размеры наночастиц полученного материала лежат в пределах 34-45 нм.

Так, при подаче ацетилена $Q_a=0.44$ моль/час (Рис.1(a,c), согласно данным РФА (Рис.1(e)), порошок содержит CFe_3 56.1 ат.% (Pbnm, A), Fe 16.4 ат.% (Im3m, B), $Fe_{2.4}C$ 27.5 ат.% (P6₃22, C); при подаче ацетилена $Q_a=0.05$ моль/час (Рис.1(b,d,f)), полученные частицы состоят из Fe - 100 ат.% (Im3m), другие кристаллические фазы не выявлены.

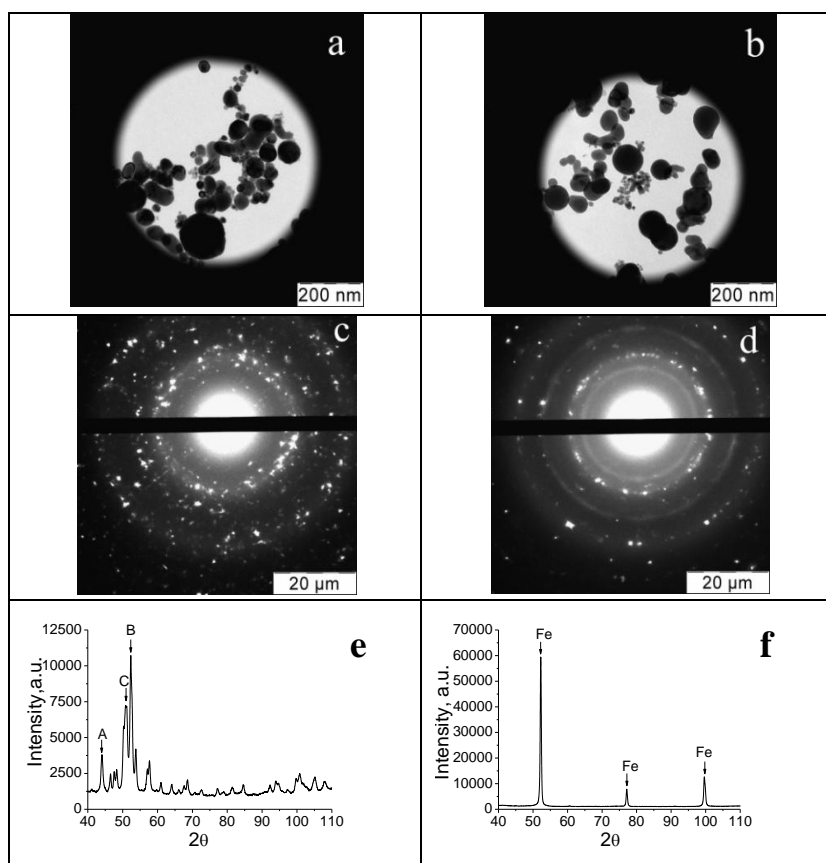


Рис. 1. a,b –ПЭМ –изображения наночастиц железа с углеродным покрытием; c,d- их электроннограммы; e,f –дифрактограммы от наночастиц с углеродным покрытием.

1. В.А. Цурин, А.Е. Ермаков, М.А. Уймин, А.А. Мысик, Н.Н. Щеголева, В.С. Гавико, В.В. Майков. Синтез, структура и магнитные свойства наночастиц железа и никеля, капсулированных в углерод//Физика твердого тела, 2014, том 56, вып. 2 с.287-300
2. А.Н. Жигач, М.Л. Кусков, И.О. Лейпунский, Н.И. Стоенко, В.Б. Сторожев. Получение ультрадисперсных порошков металлов, сплавов, соединений металлов методом Гена–Миллера: история, современное состояние, перспективы // Российские Нанотехнологии, 2012, Т. 7, № 3-4, с.28-37

Растровая электронная микроскопия композитных пленок системы фуллерит-алюминий-олово

Л.В. Баран

Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск, Беларусь

Методы растровой электронной микроскопии широко используются в научных исследованиях для характеристики структуры приповерхностных слоев различных материалов. Большой научный и практический интерес вызывает получение новых композитов на основе фуллерита C_{60} и атомов различных металлов с улучшенными физико-механическими свойствами [1-3]. Допирование фуллерита атомами щелочных металлов приводит к высокотемпературной сверхпроводимости, атомами переходных металлов - к улучшению механических свойств.

Целью настоящей работы является исследование методом растровой электронной микроскопии изменений структуры и элементного состава пленок системы фуллерит-алюминий-олово, подвергнутых термическому отжигу в вакууме.

Пленки получены методом резистивного напыления в вакууме на установке «ВУП-5М» из совмещенного атомно-молекулярного потока атомов алюминия, олова и молекул фуллерена C_{60} . В качестве подложек служили окисленные кремниевые пластины. Атомная доля металла варьировалась путем изменения скорости напыления алюминия и олова при постоянной скорости осаждения C_{60} . Термический отжиг образцов проводился в малоинерционной вакуумной печи при температуре 470 К в течение 2 ч. Исследования структуры и элементного состава проводились с использованием растрового электронного микроскопа LEO 1455 VP (Carl Zeiss, Германия) и энергодисперсионного безазотного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80 (Oxford Instruments, Англия).

Установлено, что свежесаждаемые пленки фуллерит-алюминий-олово с различной атомной долей металла имеют нанокристаллическую структуру, при этом размер кристаллитов зависит от соотношения атомных долей олова и алюминия (рис. 1 а, б). В пленках с атомной долей алюминия 10 ат.% и олова 5 ат.% формируется однородная структура со средним размером структурных элементов 100 нм. При уменьшении доли алюминия до 5 ат.% в структуре пленок преобладают крупные образования размером 300-500 нм, обогащенные оловом, при этом наблюдаются также кристаллиты размером 50 нм и нитевидные кристаллы олова.

После термического отжига в вакууме размер структурных элементов в пленках системы фуллерит-алюминий-олово для разных концентраций

металлов составляет меньше 100 нм, что обусловлено процессами перекристаллизации.

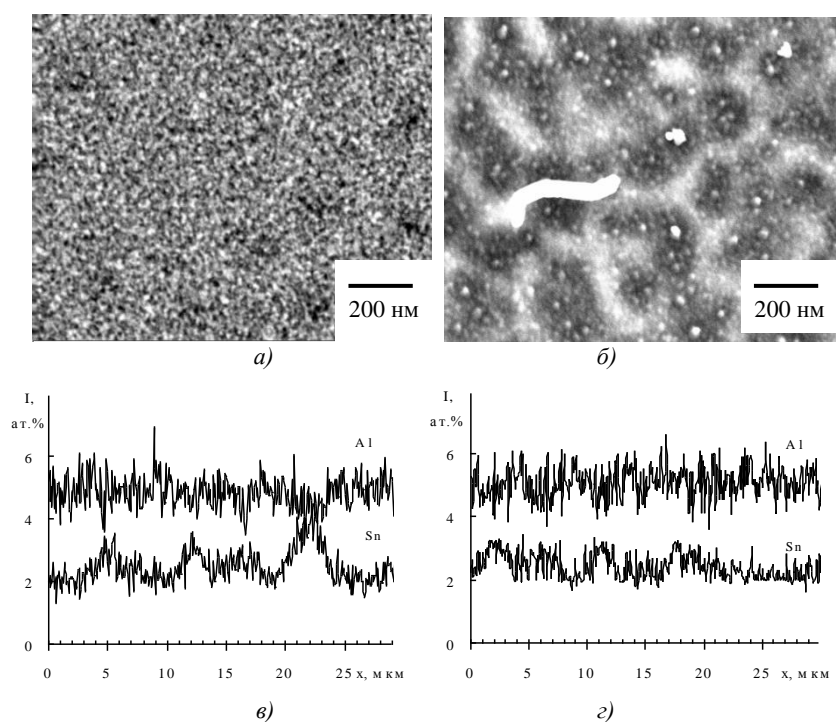


Рис. 1. Структура пленок C_{60} -Al-Sn с различной атомной долей металла до отжига (а, б) и распределение элементов в пленках C_{60} -5 ат.% Al-3 ат.% Sn (в, г): а) 10 ат.% Al, 5 ат.% Sn; б) 5 ат.% Al, 5 ат.% Sn, в) до отжига; г) после отжига при $T=470$ К ($t=2$ ч).

Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено, что термический отжиг пленок при 470 К приводит к выравниванию концентрации олова за счет протекания диффузионных процессов и внедрения атомов металла в решетку фуллерита (рис. 1 в, г).

1. E. Kowalska, E. Czerwosz, M. Kozłowski, W. Surga, J. Radomska, H. Wronka. J. Therm. Anal. Calorim., 2010, 101, 737–742

2. V.A. Kulbachinskii, R.A. Lunin, Yu. A. Velikodny, B. M. Bulychev. J. Low Temp. Phys., 2016, 185, 502–507.

3. Л.В. Баран. Российские нанотехнологии, 2016, 11, 9–10, 86–89.

Исследование состава пленок SmS, полученных магнетронным распылением

Е.Б. Баскаков, В.И. Стрелов, Н.Н. Михеев, И.С. Волчков

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва, Московская обл., Россия

В настоящее время появилась возможность создания высокоэффективного термопреобразователя на основе сульфида самария (SmS), проявляющего эффект возникновения термоЭДС без создания градиента температуры, что позволит разработать на его основе перспективный и эффективный промышленный образец теплоэлектрогенератора.

Создание эффективных теплоэлектрогенераторов на основе SmS с использованием стандартной планарной технологии микроэлектроники является важным ввиду малых размеров ТЭГа и возможности интеграции генератора в микроэлектронное устройство. Для получения однородных тонких пленок SmS, разработан и изготовлен магнетрон с водяным охлаждением. Конструкция разработанного магнетрона позволяет получать пленки SmS необходимой толщины (≥ 1 мкм).

Одним из существенных особенностей магнетронного распыления двухкомпонентного соединения SmS, является то, что один из компонентов S более летучий, что приводит к не однородному осаждению пленки на подложку. Однако для разработки тонкопленочных ТЭГ важно, что бы состав напыляемой фазы SmS, которая будет состоять из единичных элементов соединенных в дальнейшем в общую батарею, совпадал по содержанию распыляемых элементов. В этой связи был исследован состав пленки SmS (рис. 1), полученной в процессе магнетронного распыления мишени SmS.

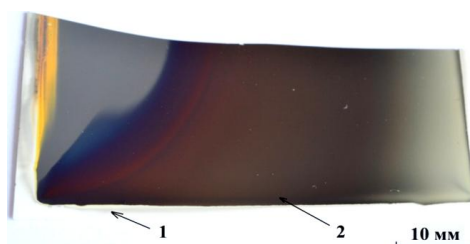


Рис. 1. Пленка на пластине ситалла, полученная магнетронным напылением, 1 - подложка ситалла; 2 – напыленная пленка SmS

В процессе распыления подложка была ориентирована по отношению к магнетрону таким образом, что её левый край (рис. 1) был над центром магнетрона, а правый край выходил за периметр корпуса магнетрона. Такое расположение подложки позволило исследовать радиальное распределение элементов в пленке.

Рентгеноспектральный микроанализ проводился с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JCM-6000 plus, при ускоряющем напряжении 10 кэВ, для исследования латерального распределения элементов. Для SmS значение пробега пучка моноэнергетических электронов РЭМ составит 0,51 мкм при данной величине энергии пучка.

Результаты анализа показали уменьшение концентрации серы от центра к периферии. При этом если в центре наблюдается равное содержание серы и самария (рис. 2), то к периферийной части подложки имеется недостаток содержания серы.

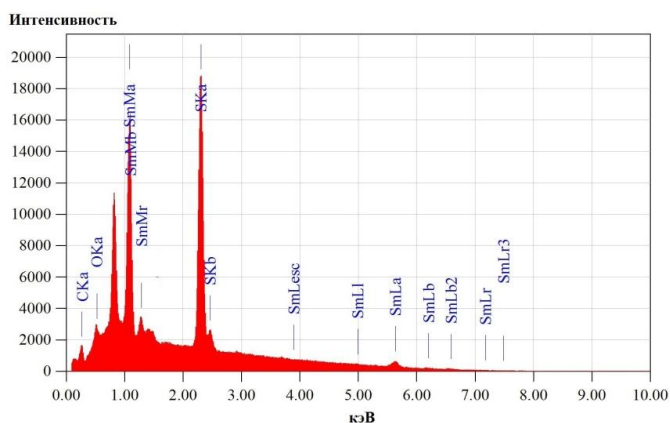


Рис. 2. Спектр характеристического излучения области пленки SmS, которая находилась над центром магнетрона в процессе распыления мишени SmS. Состав: Sm 46 ат.%; S 44 ат.%; C, O 5 ат.%.

Кроме латерального распределения элементов было произведено исследование распределения элементов по глубине пленки SmS в её центральной части. Рентгеноспектральный микроанализ проводился при разных ускоряющих напряжениях: 5, 10 и 15 кэВ, что для SmS соответствует пробегу пучка электронов на 0,17, 0,5 и 1 мкм соответственно. Результаты анализа показали увеличение концентрации серы по толщине пленки от ее поверхности.

Состав и микроструктура металлических нановключений AsSb в LTG-AlGaAsSb

Н.А. Берг¹, В.Н. Неведомский¹, В.В. Чалдышев¹, Н.А. Cherkashin²,
В.В. Преображенский³, М.А. Пулято³, Б.Р. Семягин³

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая 26,
Санкт-Петербург 194021 Россия

² CEMES, CNRS, and Université de Toulouse, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse
Cedex 4, France

³ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
пр. ак Лаврентьева 13, Новосибирск 630090 Россия

Недавно в $\text{Al}_{0.28}\text{Ga}_{0.72}\text{As}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$, выращенном на подложке GaAs (001) с помощью МПЭ при низкой (200°C) температуре (LTG-AlGaAsSb) и содержащем наноразмерные металлические преципитаты, сформированные при пост-ростовом отжиге, обнаружен плазмонный резонанс [1-2], что делает этот материал потенциально привлекательным для различных оптоэлектронных применений [3]. Для контролируемого управления оптическим поведением LTG-AlGaAsSb требуется детальное изучение его композиционных и структурных характеристик.

Образцы LTG-AlGaAsSb, отожженные при температурах 600 и 750°C в течении 15 мин., исследовались с помощью просвечивающей электронной микроскопии на микроскопах JEM2100F и FEI-Tecnaï SACTEM с коррекцией сферической аберрации, работающих при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Как было показано ранее, введение Sb в LTG-GaAs в низкой концентрации ($\sim 1\%$) приводит к нетривиальным особенностям в свойствах преципитатов: в них обнаруживается высокая концентрация Sb, на порядок превышающая ее содержание в матрице [4], и возле преципитатов с размером больше 8 нм возникают призматические дислокационные петли с необычной плоскостью габитуса (001) [5].

Изучение LTG-AlGaAsSb позволило установить, что микроструктура/ориентация преципитатов AsSb в образцах, отожженных при 600 и 750°C , различны, что отражается на дифракционных картинах на Рис. 1.

В результате измерения межплоскостных расстояний и углов в частицах AsSb, а также компонентов тензора деформации с помощью анализа геометрической фазы установлено, что при отжиге при $T=750^\circ\text{C}$ преципитаты оказываются сильно обогащены сурьмой и являются сплавом $\text{As}_{0.1}\text{Sb}_{0.9}$. Гигантское обогащение сурьмой обусловлено тем, что при

$T=750^{\circ}\text{C}$ AsSb плавится, и согласно фазовой диаграмме [6] равновесие твердой фазы $\text{Al}_{0.28}\text{Ga}_{0.72}\text{As}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$ с жидкой $\text{As}_{1-z}\text{Sb}_z$ достигается при $z=0.9$. При последующем охлаждении преципитаты кристаллизуются в ромбоэдрическую фазу A7 и принимают ориентационные соотношения с матрицей такие, что $(0003)_p \parallel \{111\}_m$ и $\{11\bar{2}0\}_p \parallel \{220\}_m$.

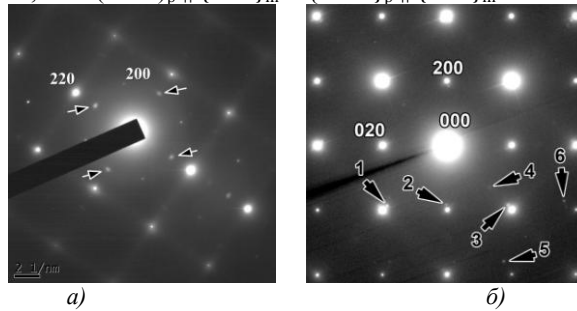


Рис. 1. Дифракционные картины для образцов в планарной геометрии ($B \parallel [001]$), отожженных при а) 600 и б) 750 °С; стрелками отмечены рефлексы от второй фазы

При этом средний размер преципитатов составляет 15 нм, и возле них генерируются призматические дислокационные петли, расположенные в плоскости (001). Анализ вектора Бюргерса петель как с помощью стандартного контура, охватывающего край петли на изображении с атомным разрешением, так и с помощью сдвига геометрической фазы позволил установить, что $\mathbf{b} = a^{matrix} [001]$.

Выявленные особенности микроструктуры и элементного состава ансамбля металлических включений AsSb в матрице LTG-AlGaAsSb позволяют целенаправленно изменять микроструктуру нанопреципитатов для достижения оптимальных условий плазмонного резонанса.

1. В.И. Ушанов, В.В. Чалдышев, Н.А. Берт, В.Н. Неведомский, Н.Д. Ильинская, Н.М. Лебедева, В.В. Преображенский, М.А. Пуятто, Б.Р. Семягин. ФТП, 2015, 49, 1641-1645

2. В.И. Ушанов, В.В. Чалдышев, В.В. Преображенский, М.А. Пуятто, Б.Р. Семягин. ФТП, 2016, 50, 1620-1624

3. H.A. Atwater, A. Polman. Nature Materials, 2010, 9, 205–213

4. Bert N.A., Chaldyshev V.V., Suvorova A.A., Preobrazhenskii V.V., Putyato M.A., Semyagin B.R., Werner P. Appl. Phys. Lett., 1999, 74, id. 1588

5. Chaldyshev V.V., Bert N.A., Romanov A.E., Suvorova A.A., Kolesnikova A.L., Preobrazhenskii V.V., Putyato M.A., Semyagin B.R., Werner P., Zakharov N.D., Claverie A. Appl. Phys. Lett., 2002, 80, id. 377

6. J.B. Li, W. Zhang, Ch. Li, Zh. Du. J. of Phase Equilibria, 1998, 19, 466-472.

Электронная микроскопия и электронная дифракция в изучении метастабильных состояний на примере органо-неорганических мезокристаллов.

О.В. Бойцова^{1,2}, А. П. Леонтьев², Е.Д. Игонина², А.А. Елисеев²

¹ ИОНХ им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, 119991, Россия

² МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, 119992, Россия

Последние 2-3 года благодаря развитию приемов структурообразования с помощью сурфактантов, матриц полимеров и жидких сред, отмечены возросшим интересом к явлению самоорганизации неорганических материалов. Уникальная возможность удерживать метастабильные состояния поверхности для несферических наночастиц и собирать их в мезокристаллы с усиленными физическими свойствами позволило некоторым передовым научным коллективам мира сделать колоссальные шаги, приблизившие фундаментальные исследования к реальным устройствам [1-2]. Особенностью мезокристаллов является их высокоориентированная структура, где множество сонаправленных наночастиц уложены в многослойный трехмерный ансамбль. Однозначно определить степень самоорганизованности и продемонстрировать отличие от монокристалла подобных структур позволяет совокупность данных электронной дифракции, просвечивающей электронной и растровой электронной микроскопии.

В данной работе на примере мезокристаллов диоксида титана показаны физико-химические аспекты и особенности образования неорганического ориентированного оксида в матрице линейного полимера. Были впервые проведены исследования с помощью методов синхронного термического разложения и масс-спектрометрии, а также исследования трансформации структуры *in-situ* от комнатной температуры до 600°C.

В результате синтеза в присутствии поверхностно активного вещества образуются мезокристаллы NH_4TiOF_3 . Все мезокристаллы имеют форму октагональных призм с равноугольными восьмиугольниками в основании. Ось $\langle 001 \rangle$ роста мезокристалла сонаправлена нормали к плоскости основания октагональной призмы. С увеличением количества $-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)-$ звеньев уменьшается диаметр образующихся частиц NH_4TiOF_3 . После термической обработки порошков NH_4TiOF_3 образуется фаза анатаза без примеси других полиморфов TiO_2 . Впервые исследована (визуализирована) внутренняя структура мезокристаллов на основе диоксида титана. После

отжига форма макрочастиц не изменяется. На микрофотографиях сканирующей электронной микроскопии при высоком разрешении просматриваются отдельные частицы (Рис 1).

Проведено сопоставление данных рентгеновских дифракционных методов и электронной микроскопии. Размер кристаллитов из анализа дифрактограмм для TiO_2 (анатаз), полученных участием полимера, составляет 35-40 нм, что согласуется с данными электронной микроскопии.

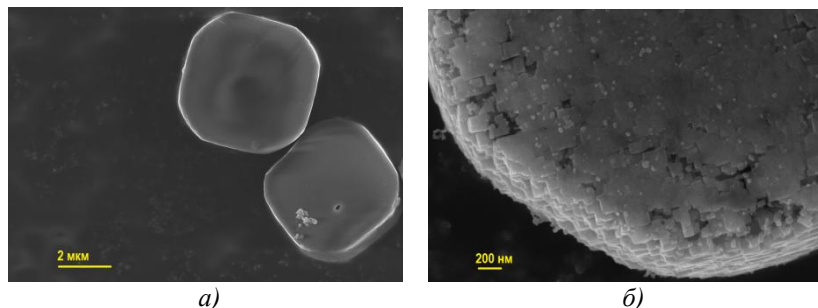


Рис. 1. Изображения РЭМ (Carl Zeiss NVision 40): а) кристаллы NH_4TiOF_3 , полученные при участии полиэтиленгликоля 2000; б) мезокристалл диоксида титана, полученный после топотактического отжига кристаллов NH_4TiOF_3 , представленных на рис. 1а.

Проведено исследование влияния массы органической матрицы, в которой проводится синтез, на фотокаталитические свойства получаемых мезокристаллов. Получены фотокатализаторы на основе TiO_2 превосходящие существующий коммерческий P25 по активности.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ (МК-336.2017.3)

1. E. V. Sturm, H. Cölfen, Chem. Soc. Rev. 2016, 45, 5821-5833
2. O. V. Boytsova, A. A. Sadovnikov, K. E. Yarov et al. CrystEngComm. 2017, 19, 3281-3287

Модификация электрофизических свойств индивидуальных многостенных углеродных нанотрубок под воздействием ионного облучения и отжига в инертной среде.

В.В. Болотов¹, К.Е. Ивлев¹, В.Е. Кан¹, Е.В. Князев¹, С.Н. Поворознюк^{1,2}, Д.В.Соколов¹.

1 Омский научный центр СО РАН. 644024, г. Омск, пр. К. Маркса, 15

2 Омский государственный технический университет. 644050, г. Омск, пр. Мира, 11

Уникальные физико-химические свойства многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) определяют их перспективы как материала для получения композитных чувствительных слоев в газовых наносенсорах нового поколения. Наиболее простым способом синтеза углеродных нанотрубок является метод осаждения из газовой фазы (Chemical vapor deposition (CVD)). Однако, значительную долю трубок, полученных этим методом, составляют многостенные углеродные трубки (МУНТ) [1], обладающие высокой металлической проводимостью, низкой сорбционной способностью и недостаточной химической активностью, что затрудняет их применение в сенсорике. С целью изучения возможности функционализации МУНТ в настоящей работе исследовались ограниченные массивы МУНТ, подвергнутые облучению ионами аргона с энергией 15 кВ и последующей термической обработке в инертной среде.

Слой МУНТ синтезированные методом CVD облучались ионами аргона с энергией 15 кВ. После чего, проходили отжиг в атмосфере аргона при температуре 900°C. Структура МУНТ исследовалась методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) JEOL JEM-2100 и спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) BRUKER RFS-100/s. Изменение проводимости МУНТ оценивалось по вольт-амперным характеристикам (ВАХ) тестовых структур.

Согласно ПЭМ и КРС исследованиям облучение ионами аргона приводит к аморфизации стенок МУНТ (Рис.1 б). Отжиги в инертной атмосфере существенно восстанавливают структуру графеновых слоев углеродных нанотрубок по данным КРС, однако в МУНТ наблюдается формирование областей, насыщенных протяженными дефектами (Рис.1 с, d). При этом данные ВАХ указывают на то, что облучение углеродных нанотрубок приводило к росту сопротивления с ~ 4 кОм (у исходных

МУНТ) до 40-60 кОм (МУНТ после облучения), а термообработки в инертной атмосфере увеличивало сопротивление до $\sim 0,4 - 4$ МОм. Таким образом, показано, что комбинация ионного облучения и термообработок являются эффективным способом для изменения структуры МУНТ и управления их электрофизическими свойствами.

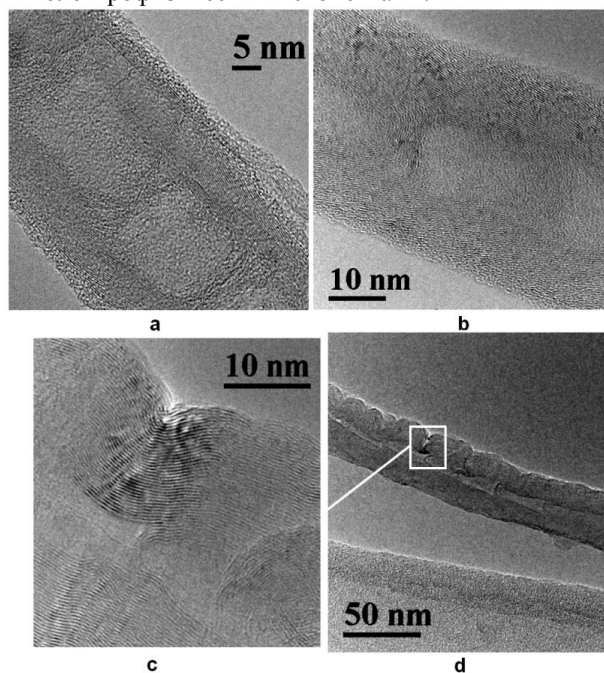


Рис. 1. ПЭМ изображение (JEM 2100): а) Исходные МУНТ; б) МУНТ подверженные облучению ионами аргона с энергией 15 кВ; с, d) облученные МУНТ после ТО в атмосфере аргона при температуре 900°C.

Работа выполнена на оборудовании омского центра коллективного пользования СО РАН (ОмЦКП СО РАН) при частичной поддержке гранта российского фонда фундаментальных исследований РФФИ № 16-08-00763 А.

I. V.V. Bolotov, P.M. Korusenko, S.N. Nesov, S.N. Povoroznyuk, E.V. Knyazev. The origin of changes in the electronic structure of oriented multi-walled carbon nanotubes under the influence of pulsed ion radiation. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 2014, V.337, p 1-6.

Особенности магнитной и кристаллической структуры гексагонального феррита $\text{BaFe}_{12-x}\text{In}_x\text{O}_{19}$

А.А. Вирюс¹, В.В. Коровушкин², М.Н. Шипко³, А.В. Труханов²,
М.А. Степович⁴, В.Г. Костишин², А.Ю. Миронович²

¹ *Институт экспериментальной минералогии РАН, ул. Институтская, д. 4, Черноголовка, Ногинский р-н, 142432, Московская область*

² *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский проспект, д. 4, 119049, Москва*

³ *Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, ул. Рабфаковская, д. 34, 153003, Иваново*

⁴ *Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, 248023, Калуга*

Методами растровой электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, мёссбауэровской спектроскопии и стандартными методами измерения магнитных параметров исследованы исходная шихта и образцы поликристаллического гексаферрита $\text{BaFe}_{12-x}\text{In}_x\text{O}_{19}$, где $x = 0, 0,1; 0,3; 0,6; 0,9; 1,0$ и $1,2$. Образцы были изготовлены по известной керамической технологии из оксидов Fe_2O_3 , In_2O_3 и карбоната BaCO_3 марки «ОСЧ». Исходный состав подвергался синтезирующему обжигу на воздухе при $1200\text{ }^\circ\text{C}$ (6 час.), а затем спекался при $1300\text{ }^\circ\text{C}$ (6 час.). После спекания образец медленно охлаждался в печи ($\sim 100\text{ }^\circ\text{C}/\text{час.}$).

Структура и элементный состав шихты и ферритов изучались в растровом электронном микроскопе Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным рентгеновским спектрометром INCAx-sight. При проведении исследований порошок крепился на углеродный скотч и исследовался без напыления на него проводящей плёнки [1]. Для изучения особенностей кристаллической структуры и состава проводились мёссбауэровские исследования на спектрометре Ms1104-Em с обработкой спектров по программе Univem Ms [2]. Мёссбауэровские спектры получены при комнатной температуре. Изомерный сдвиг определяли относительно $\alpha\text{-Fe}$. Магнитные параметры: намагниченность насыщения, коэрцитивную силу, остаточную намагниченность, форму петли гистерезиса – измеряли при комнатной температуре на вибрационном магнитометре VSM 250 в магнитном поле напряженностью 20 кЭ.

Локальный рентгеноспектральный микроанализ позволил контролировать исходные порошки шихты, соотношения примесей в исходном материале и состав полученного феррита. В результате исследований магнитных характеристик полученного феррита установлено,

что с ростом параметра замещения x все численные значения всех исследуемых магнитных параметров уменьшаются. Наибольшее изменение претерпевает коэрцитивная сила (на 81 %), и остаточная намагниченность (на 77 %), причем на этой зависимости прослеживается локальный экстремум при $x \approx 0,9$. Отметим, что наиболее заметное уменьшение коэрцитивной силы наблюдается при изменении параметра x от 0,1 до 0,3 (37 %) и от 0,9 до 1,2 (70 %), а остаточной намагниченности – при x от 0,1 до 0,3 (42,9 %) и от 0,9 до 1,2 (64,6 %).

Для интерпретации наблюдаемых изменений магнитных свойств ферритов с ростом параметра замещения проведены исследования методом мёссбауровской спектроскопии. Результаты таких исследований показали, что существенные изменения магнитных свойств (удельной намагниченности, коэрцитивной силы) феррита $\text{BaFe}_{12-x}\text{In}_x\text{O}_{19}$ вызваны неупорядоченным распределением ионов In^{3+} в подрешетках 2b, 4f2 и 12k. Высокая чувствительность магнитных свойств этих ферритов к параметру замещения x объясняется разрывом основных обменных связей $\text{Fe}(12k)\text{--O--Fe}(2b)$, $\text{Fe}(2b)\text{--O--Fe}(4f_2)$ и $\text{Fe}(12k)\text{--O--Fe}(4f_2)$. В результате нарушения определённого количества таких связей вместо параллельной или антипараллельной ориентации спиновых моментов в структуре феррита формируется неупорядоченная угловая магнитная структура. Формирование таких структур начинается при значениях $x \geq 0,6$ и обеспечивает уменьшение коэрцитивной силы в 3,3 раза и намагниченности насыщения в 1,3 раза. Такое изменение магнитных свойств гексагональных ферритов даёт возможность использовать их в устройствах микроволновой техники.

Исследования выполнены при частичной финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-03-00515), гранта РФФИ и правительства Ивановской области (проект № 18-43-370012) и гранта РФФИ и правительства Калужской области (проект № 18-42-400001).

1. А.А. Вирюс, М.Н. Шипко, М.А. Степович, В.В. Коровушкин. Прикладная физика, 2018, 1, 63-68.

2. М.Н. Шипко, В.В. Коровушкин, В.Г. Костишин, И.М. Исаев, М.А. Степович, Е.С. Савченко. Изв. РАН. Сер. физ., 2018, 82(2), 232-236.

Исследование влияния условий термообработки на состав и структуру пористого анодного оксида титана методом просвечивающей электронной микроскопии

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

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

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

В настоящей работе выполнены электронно-микроскопические исследования структуры и состава ПАОТ, полученного анодированием поверхности титановой фольги во фторсодержащем растворе на основе этиленгликоля. Для модификации полученных наноструктур углеродом проводили термообработку при следующих условиях: на воздухе при температуре 450°C в течение 1 ч (образец № 2); в вакууме при температуре 450°C в течение 1 ч (образец № 3); в вакууме при температуре 450°C в течение 1 ч, затем на воздухе при температуре 300°C в течение 1 ч (образец № 4). Помимо них исследовался исходный образец № 1. Приготовление тонких фольг планарного сечения выполнялось методом in-situ lift-out в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650, а их исследование – в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200.

Типичные микрофотографии исследованных образцов, полученные в просвечивающем растровом режиме с помощью детектора электронов, рассеянных на большие углы (HAADF), представлены на рис. 1 а–г. Из них видно, что ПАОТ состоит из полых нанотрубок, внешние участки (А) которых состоят из более, а внутренние (Б) – из менее плотного материала, который в отожженных нанотрубках (рис. 1 б–г) состоит из наночастиц.

Карты элементного состава, полученные методом энергодисперсионного рентгеновского микроанализа от участков, показанных на рис. 1 а–г, выявили практически одинаковое отношение $Ti:O=1:2$ во всех участках материала и существенную вариацию концентрации углерода (рис. 1 д–и). В исходном образце № 1 (рис. 1 д) он распределен равномерно во внутренней части нанотрубки (Б) и составляет 21% от общего количества атомов. В образце № 2 (рис. 1 е) наблюдаются только следы углерода, который, по-видимому, в

процессе отжига прореагировал с кислородом воздуха с образованием CO_2 . В образце № 3 (рис. 1 ж) наблюдается рост доли углерода от внутренней поверхности нанотрубок к границе с внешней частью с 21% до 34%, а в образце № 4 (рис. 1 и) – с 4% до 22%.

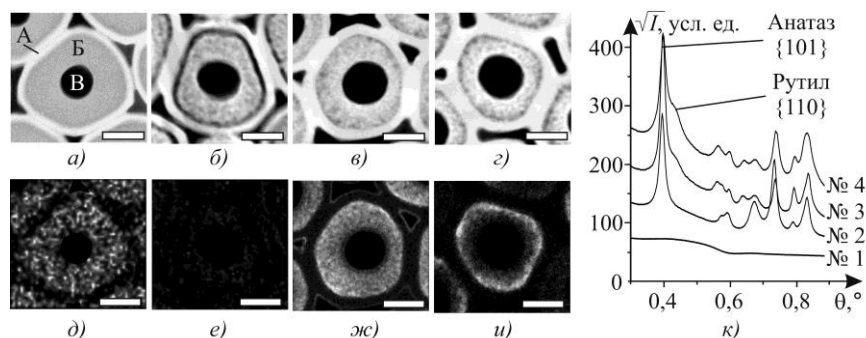


Рис. 1. HAADF-изображения (а–г), карты распределения углерода (д–и) образцов № 1–4 соответственно и радиальные профили \sqrt{I} на их электронограммах (к). А, Б – внешняя и внутренняя области нанотрубки TiO_2 соответственно, В – цилиндрическая полость внутри нанотрубки, размер масштабной метки – 50 нм, θ – двойной угол Брэгга, \sqrt{I} – квадраты интенсивности на электронограммах, для наглядности помноженные на 1, 6, 12 и 14 для образцов № 1, 2, 3 и 4 соответственно.

Анализ картин микродифракции, радиальные профили \sqrt{I} (I – интенсивность) которых показаны на рис. 1 к, и нанодифракции от разных участков образцов позволили идентифицировать кристаллическую структуру и местоположение входящих в них фаз. Исходный образец № 1 состоял из аморфных материалов, а после термообработки – из анатаза и рутила. Внешние оболочки (А) образцов № 2–4 представляли собой анатаз, внутренние участки (Б) образца № 2 – наночастицы анатаза и рутила, а образцов № 3 и 4 – только наночастицы рутила. Углерод, по-видимому, находится в виде отдельной аморфной фазы и примеси в TiO_2 .

Таким образом, при помощи просвечивающей электронной микроскопии исследованы структура и состав ПАОТ в зависимости от условий термической обработки.

1. Lee K., Mazare A. and Schmuki P. // Chem. Rev. 2014. V. 114. P. 9385–9454.

Формирование микроструктурных особенностей перовскитоподобных оксидов в средах с низким парциальным давлением кислорода.

Герасимов Е.Ю.^{1,2}, Исупова Л.А.¹, Цыбуля С.В.^{1,2}

¹ Институт катализа им. Г.К.Борескова СО РАН, 630090, г. Новосибирск, ак. Лаврентьева 5, Россия ² Новосибирский Государственный Университет, 630090, г. Новосибирск, ул.Пирогова 2, Россия

Твердые растворы состава $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MO}_{3-\delta}$ ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Co}$) со структурой типа перовскита широко известны благодаря своим экстраординарным магнитным и электронным свойствам. Увеличение содержания Ca^{2+} повышает подвижность анионов O^{2-} в системе, что положительно влияет на каталитическую активность образцов, но снижает их термическую и структурную стабильность. В определенных условиях это может приводить к сегрегации кислородных вакансий, а в некоторых случаях к распаду твердых растворов, приводящих как к полному расслоению твердых растворов, так и к образованию гетерогенных систем перовскит – оксид. Процесс частичного расслоения может существенно влиять на функциональные свойства катализаторов, как увеличивая их каталитическую способность, так и полностью их дезактивируя.

Настоящая работа посвящена изучению особенностей изменения микроструктуры перовскитоподобных оксидов состава $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MO}_3$ ($\text{M} = \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Co}$) методами РФА и ПЭМВР после проведения каталитической реакции окисления CH_4 .

Образцы были синтезированы методом полимерно-солевых композиций (метод Pechini). По данным РФА, образцы являлись однофазными твердыми растворами, относящимися к структурному типу перовскита, в диапазоне $0 \leq x \leq 1$ для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ и $0 \leq x \leq 0.7$ для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{FeO}_3$, $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$, $0 \leq x \leq 0.4$

По данным ПЭМВР при $x \geq 0.2$ в системе $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{FeO}_{3-\delta}$ на поверхности перовскитной фазы присутствуют наночастицы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (размером около 5 нм.). Выделение этих частиц можно объяснить спецификой метода синтеза образцов: поскольку в процессе приготовления образцы находятся в восстановительных условиях. При $x \geq 0.4$, методом ПЭМВР зафиксировано наличие планарных дефектов в плоскостях (101), представляющих собой включение фрагмента браунмиллеритной структуры в перовскитную матрицу.

По данным ПЭМВР после участия образцов в каталитической реакции, а также при прокаливании в вакууме на поверхности образцов $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MO}_{3\pm\delta}$ ($M=\text{Mn}, \text{Fe}$) появляются наночастицы оксидов $\beta\text{-Mn}_2\text{O}_3$ для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_{3\pm\delta}$ ($x \geq 0.5$) и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (рис. 1) для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{FeO}_{3-\delta}$ ($x \geq 0$), соответственно. Кроме того, в плоскостях (101) зафиксировано наличие планарных дефектов для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_{3\pm\delta}$ ($x \geq 0.5$) и для $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{FeO}_{3-\delta}$ ($x \geq 0.2$). Нагрев на воздухе исходных образцов до тех же температур не привел к микроструктурным изменениям.

Участие образцов серии $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$ в каталитической реакции окисления метана приводит к частичному расслоению твердых растворов с образованием фаз перовскита дефектной структуры, CaO , Co_3O_4 . В образце $\text{La}_{0.6}\text{Ca}_{0.4}\text{CoO}_3$ в плоскостях (101) присутствуют планарные дефекты, однако количество дефектных блоков меньше, чем в аналогичных по содержанию Ca, образцах марганец- и железосодержащих серий.

Аналогичные эффекты (формирование планарных дефектов, образование наночастиц оксидов переходных металлов на поверхности перовскитной фазы) наблюдаются при прокаливании образцов в вакууме до температур 900°C . Стоит отметить, что прокалывание в воздушной среде не приводит к частичному расслоению твердых растворов.

Таким образом, участие образцов в реакциях окисления приводит к частичному расслоению $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MO}_3$ ($M = \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Co}$) твердых растворов. Характерной особенностью является формирование наногетерогенных состояний на поверхности образцов, а также образование планарных дефектов в плоскостях (101).

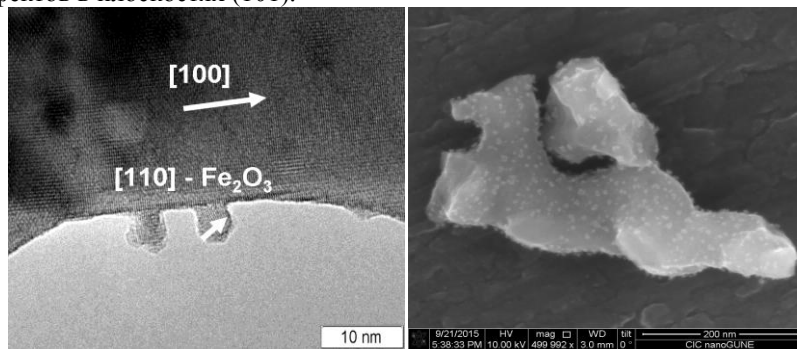


Рис. 1. Изображения ПЭМ (а) и СЭМ (б) Перовскитоподобного оксида $\text{La}_{0.4}\text{Ca}_{0.6}\text{FeO}_3$ после участия в каталитической реакции окисления метана.

Изучение удельной поверхности трещин в покрытиях на углерод-углеродных композитах

И.Б. Гнесин¹, Б.А. Гнесин¹, А.Н. Некрасов²

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

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

Углерод-углеродные композиционные материалы (УУКМ) обладают высокими механическими характеристиками, жаропрочностью, низкой плотностью, что делает их уникальным материалом для применения в авиационной и космической технике [1]. Однако для них характерна низкая стойкость к окислению при температурах выше 500-700 °С [2]. Основным способом защиты УУКМ от окисления является нанесение защитных покрытий [3]. Однако практически все жаростойкие покрытия для УУКМ значительно отличаются от них по коэффициенту термического расширения (КТР), что приводит к образованию трещин в покрытии. Изучение особенностей системы трещин защитных покрытий в зависимости от условий их получения является крайне важным при решении задачи по повышению стойкости УУКМ к окислению [4].

Нами были изучены образцы силицидных покрытий на 3D УУКМ российского производства, отличающиеся фазовым составом. Покрытие из эвтектической смеси $(W, Mo)Si_2 + (W, Mo)_5Si_3$ с соотношением атомных концентраций $C_W/C_{Mo}=0,6$ с различным количеством углерода наносилось на образцы размером 15x20x10 мм, на сторону размером 20x10 мм. Нанесение покрытий осуществлялось с помощью шликерной технологии, при температуре около 1900 °С в графитовой печи сопротивления в атмосфере аргона. Затем покрытие изучалось на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA II XMU как без полировки, так и после полировки на глубину около 200 мкм. Для определения удельной поверхности трещин (УПТ) использовали метод секущих [5]. Анализ для каждого образца производился по нескольким полям зрения 5x5 мм.

Для покрытия, полученного без введения дополнительного углерода УПТ составила 2,76 мм⁻¹ и 2,80 мм⁻¹ при определении по неполированному и полированному образцу, соответственно. Аналогичные данные для покрытия, полученного с введением дополнительных 7 мас. % углерода составили 1,07 мм⁻¹ и 1,04 мм⁻¹, соответственно. Из этих данных видно, что УПТ значительно снижается с введением в покрытие дополнительного углерода. Кроме того, можно наблюдать, что этот параметр слабо меняется в результате полировки образцов покрытий. Изображения покрытий до и после полировки представлены на **Рис. 1**. Следует отметить большое количество SiC в структуре

покрытия с 7 мас. % углерода, а также практически полное отсутствие избыточных кристаллов $(W, Mo)Si_2$, характерных для покрытия без углерода. В случае обоих покрытий заметную объемную долю занимает эвтектическая смесь силицидов $(W, Mo)Si_2 + (W, Mo)_5Si_3$.

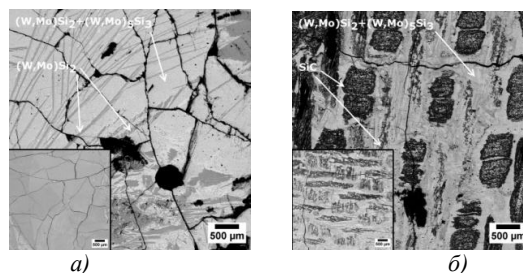


Рис. 1. Изображения СЭМ полированных и неполированных (на вставках) покрытий $(W, Mo)Si_2 + (W, Mo)_5Si_3$ на УУКМ: а) без дополнительного углерода; б) с 7 мас. % углерода.

Необходимо упомянуть, что в силицидных сплавах, использованных для нанесения данных покрытий, в присутствии углерода практически неизбежно образуется фаза Новотного, $(W, Mo)_{5-x}Si_3C_x$. Однако методами сканирующей электронной микроскопии и микроанализа ее, в большинстве случаев, не удается различить с фазой $(W, Mo)_5Si_3$. В связи с этим, как в структуре самих покрытий, так и на изображениях, приведенных на **Рис. 1** нельзя исключить присутствие фазы Новотного.

Полученные данные важны для поиска путей снижения растрескивания защитных покрытий на УУКМ, а также для понимания фазовых превращений при взаимодействии силицидного расплава с УУКМ. Для получения более подробных данных о структуре и свойствах покрытий Mo-W-Si-C на УУКМ требуются дальнейшие исследования.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №17-73-10401).

1. G. Savage. Carbon Carbon Composites, Chapman & Hall, London, 1993, 389.
2. E. Corral, R. Loehman. J. Am. Ceram. Soc., (2008), 91, 1495–1502.
3. А. Н. Астапов, В. С. Терентьева. Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия, 2014, 4, 50-70.
4. Nathan S. Jacobson, Don J. Roth, Richard W. Rauser, James D. Cawley, Donald M. Curry. Surface & Coatings Technology, (2008), 203, 372–383.
5. С.А. Салтыков. Стереометрическая металлография, 1976, Москва, Металлургия, 271.

Применение просвечивающей электронной микроскопии для оценки типа и качества упаковки квантовые точки в Ленгмюровских монослоях на твердых подложках.

И.А. Горбачев¹, Смирнов А.В.^{1,2}, Аткин В.С.¹, Е.Г. Глуховской¹, Вениг С.Б.¹

¹ФГБОУ ВО «СГУ имени Н.Г.Чернышевского», г. Саратов, Саратовская обл., Россия

²Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН, г. Москва, Московская обл., Россия

В настоящее время, формирование упорядоченных массивов квантовых точек является перспективной задачей при создании fluorescence resonance energy transfer структур [1]. Одной из технологий, позволяющей сформировать высокоупорядоченные пленки квантовых точек, является технология Ленгмюра-Блоджетт. Несмотря на высокую степень структурного совершенства ленгмюровских пленок, возникает вопрос об оценке типа и качества упаковки квантовых точек в структурах, полученных на их основе. С помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения представляется возможным получить изображения отдельных квантовых точек и их агломератов, находящихся в составе ленгмюровской пленки, перенесенной на твердые подложки (рисунок 1). Применяя методы дифракции электронов к подобным структурам, удастся проанализировать кристаллическую структуру отдельных квантовых точек, в то время как получение сведений о типе упаковки квантовых точек в составе пленки является нетривиальной задачей. Для решения указанной проблемы в работе было предложено использовать метод, основанный на анализе Фурье-спектров, полученных в ходе обработки изображений просвечивающей электронной микроскопии путем применения быстрого двумерного преобразования Фурье в программной среде Gwyddion. Подобный метод уже использовался для оценки качества гексагональных структур, полученных при анодном травлении и окислении полупроводников и металлов [2]. В то же время, данный метод ранее не применялся для оценки качества упаковки ленгмюровских монослоев. На рисунке 2а представлен Фурье-спектр, полученный в ходе обработки изображения, представленного на рисунке 1. Отчетливо заметна неоднородность интенсивности Фурье-спектра, при этом точки, имеющие максимальную интенсивность, находятся в вершинах ромба, что говорит о гексагональной упаковке квантовых точек в пленке.

На рисунке 2б представлен профиль сечения, проведенный через центр Фурье-спектра (линия на рисунке 1). Заметно, что на профиле присутствует 5 точек экстремума, в которых интенсивность Фурье-спектра имеет максимальное значение. Наличие этих точек говорит о существовании дальнего порядка симметрии в анализируемой пленке. В то же время, размытие спектра при движении к центру образца (рисунок 2а) говорит о наличии дефектов в упаковке.

Таким образом, можно сказать, что указанная методика применима для анализа типа и качества упаковки лэнгмюровских монослоев, содержащих наночастицы, в частности, квантовые точки.

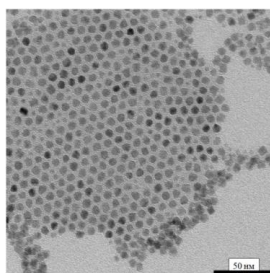


Рис.1. Типичный вид агломерата квантовых точек

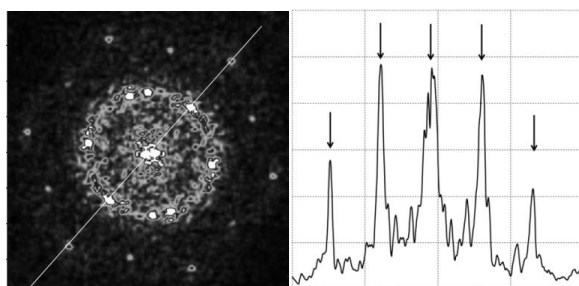


Рис.2. Фурье-спектр, монослоя квантовых точек (левый), профиль интенсивности Фурье-спектра (правый)

1. Gole A., Jana N.R., Selvan S.T.et.al. Langmuir, 2008, 24, 8181-8186

2. Емельянов В.И., Игумнов В.В., Старков В.В. Письма в ЖТФ, 2004, 30, 10, 83-88

Изучение нанокристаллов флюоритовой фазы SmF_{2+x} , полученных методом механохимического синтеза.

Ю.В. Григорьев¹, Д.Н. Каримов¹, Н.А. Ивановская¹

¹ *Институт кристаллографии ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр-т, 59.*

Фториды редкоземельных элементов в наноразмерном состоянии активно используются в фотонике [1]. Разработка эффективных методов синтеза и определение фундаментальных физико-химических характеристик некоторых функциональных соединений РЗЭ является основой для создания современных полифункциональных материалов. Существующие подходы к получению наночастиц по типу их формирования, например, такие как CVD, золь-гель метод, магнетронное распыление, испарение в электрической дуге и т.д. [2], относящиеся к группе «сверху вниз» (bottom up), показывают хорошие результаты, но наряду с данным типом получения, существует возможность получения с использованием подхода «снизу вверх» (top-down). Данный подход может характеризоваться возможностью быстрого получения большого количества наноразмерного материала.

Некоторые РЗЭ могут иметь нетипичную степень окисления R^{2+} (Eu^{2+} , Sm^{2+} , Tm^{2+} , Yb^{2+}). Дифториды $R^{2+}\text{F}_2$ кристаллизуются в структурном типе CaF_2 . Внедрение соединений RF_2 в современную практику затруднено, так как отсутствуют методы их контролируемого синтеза.

В данной работе впервые систематически изучен процесс механохимического синтеза нестехиометрической фазы SmF_{2+x} . Синтез соединения проводился путем энергомеханического перемешивания в соответствие с реакцией $2\text{SmF}_3 + \text{Sm}^0 \rightarrow 3\text{SmF}_2$ в планетарно-шаровой мельнице Retsch PM-200 в атмосфере аргона (частота вращения 600 об/мин, время 3 часа, энергия помола 3 кДж). В результате экспериментов была получена однофазная субстанция фиолетового цвета [3].

Для определения вида и строения полученных нанокристаллов SmF_{2+x} использовались методы растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии, а также рентгеновской и электронной дифракции. Полученные с помощью РЭМ микрофотографии (Рис.1), демонстрируют большие скопления наночастиц, а также частиц значительного размера (до 4 мкм), которые после проведения дополнительных экспериментов оказались результатом недостаточного времени помола. Результаты ПЭМ показывают, что частицы наблюдавшиеся с использованием РЭМ могут быть как скоплениями наночастиц размером около 10-20 нм, так и целыми частицами, достигающими размеров порядка 30-80 нм. Результаты электронной дифракции

и рентгеновского микроанализа показали, что изученные образцы являются многофазными и состоят из смеси SmF_2 и SmO , при этом оксид самария реже встречается в агрегатах частиц и гораздо чаще образованию оксидной фазы на поверхности SmF_{2+x} подвержены одиночные частицы с размерами до 60 нм (Рис.1).

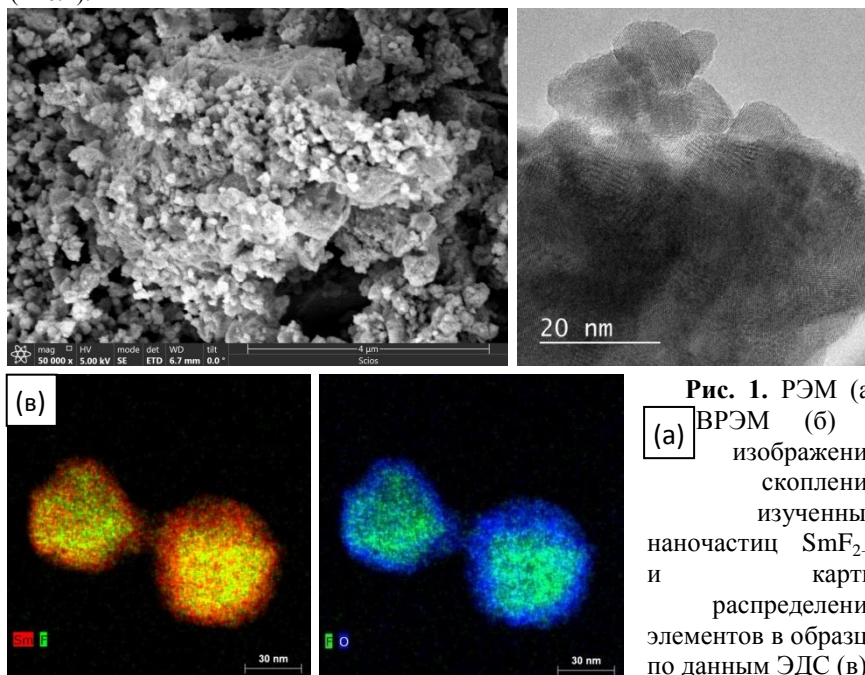


Рис. 1. РЭМ (а) ВРЭМ (б) - изображения скопления изученных наночастиц SmF_{2+x} и карты распределения элементов в образце по данным ЭДС (в).

Образование кислородсодержащей фазы, связано с нестабильностью соединения SmF_{2+x} и его окислением на воздухе. Изучены зависимости размера получаемых частиц от продолжительности механо-химического синтеза и стехиометрии состава загрузки.

Работа выполнена при поддержке *Российского фонда фундаментальных исследований* (проекты № 16-03-00707, 17-00-00118 КОМФИ), с использованием оборудования ЦКП «Структурная диагностика материалов» ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

1. С.В. Кузнецов, В.В. Осико, Е.А. Ткаченко, П.П. Федоров. Успехи химии, 2006, 75, 12, 1193-1211.

2. А.В. Лукашин, А.А. Елисеев. Физические методы синтеза наноматериалов. ФНМ МГУ, 2007.

Исследование частиц типа ядро-оболочка на основе оксидов Hf-Y-Al полученных плазмохимическим синтезом.

Ю.В. Григорьев¹, Сульянов С.Н.¹, Синайский М.А.², Пахило-Дарьял И.О.², Литвинова И.С.²

¹ *Институт кристаллографии ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, г. Москва, Ленинский пр-т, 59.*

² *ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, 119334, г. Москва, Ленинский пр-т, 49.*

Синтез в потоке термической плазмы, генерируемой в электродуговом разряде, является эффективным и конкурентоспособным средством получения нанопорошков с широкими возможностями их дальнейшего применения. Работа направлена на исследование нанопорошков оксидных систем на основе оксидов Al_2O_3 , Y_2O_3 , HfO_2 [1], получаемых в плазмохимическом синтезе [2]. Они обладают уникальными свойствами: высокой прочностью, твердостью и износостойкостью, а также термо- и химической стойкостью и могут быть использованы для создания новых материалов, которые имеют высокую востребованность на мировом рынке в разнообразных областях промышленности.

В данной работе впервые был изучен процесс синтеза и исследования порошков состоящих из наночастиц оксида Hf покрытых двойной оболочкой состоящий из слоев оксида Y и оксида Al. Синтез оксидных соединений осуществлялся в ИМЕТ РАН при взаимодействии металлических порошков (Al, Hf, Y с размером частиц менее 50 мкм) с воздушной плазме. Сформировавшиеся наночастицы осаждались на стенках реактора и на фильтре, откуда осуществлялся отбор образцов для исследований.

Для определения вида и строения полученных частиц, а также выявления закономерностей их роста использовались методы растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии, а также рентгеновской и электронной дифракции. Полученные с помощью РЭМ микрофотографии, демонстрируют практически не агрегированные частицы, округлой формы со средними размерами около 80 нм (5 нм.-1 мкм). Полидисперсный состав является характерной особенностью порошков, полученных в плазмохимическом реакторе с ограниченным струйным течением. Контроль более узкого дисперсного состава может быть осуществлен за счёт изменения конструктивных и технологических параметров роста. Результаты ПЭМ, ВРЭМ и ЭДС показывают, что ядро частицы, состоящее из оксида гафния (HfO_2), покрыто сплошной

оболочкой Y_2O_3 толщиной 1-5 нм. Исследования частиц сравнительно больших размеров (более 100 нм), показали, что внешняя оболочка, располагающаяся поверх слоя Y_2O_3 , состоит из Al_2O_3 , а покрытие является сплошным с некоторыми вариациями его толщины (7-30 нм). Построение карт распределения элементов с использованием рентгеновского микроанализа показало, что на частицах размером менее 100 нм, покрытие носит островковый характер и имеет толщины от 1 до 5 нм. В полученных образцах гораздо реже встречаются наночастицы Al_2O_3 обычно имеющих гексагональную форму с расположенными на них core-shell структурами HfO_2 размерами 5-15 нм с оболочкой Y_2O_3 , а также отдельные наночастицы Y_2O_3 непокрытые оболочкой, при том, что основная масса 95% частиц всё-таки имеет структуру HfO_2 - Y_2O_3 - Al_2O_3 .

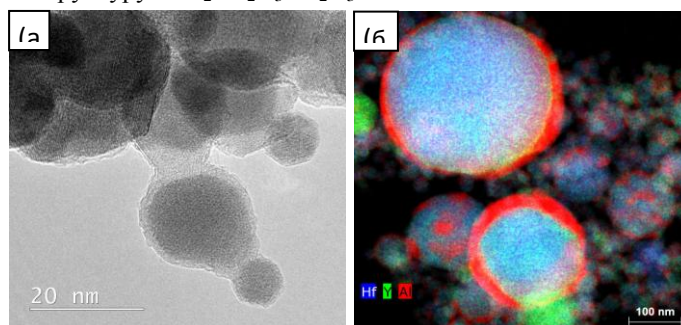


Рис. 1. ВРЭМ (а) изображение наночастиц типа ядро-оболочка Y_2O_3 - HfO_2 - Al_2O_3 и карта распределения элементов в образце по данным ЭДС (б).

По данным рентгеновской дифрактометрии, фазовый состав полученных оксидов соответствует наличию δ -фаз для оксида алюминия и моноклинной модификации для остальных оксидов. Фазовый состав оксидных композиций характеризуется присутствием как индивидуальных оксидных фаз, так и наличием совместных двухкомпонентных твёрдых растворов, что подтверждает данные электронной микроскопии.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Структурная диагностика материалов» ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

1. Синайский М.А. Исследование плазмохимического процесса получения наноразмерных порошков оксидных соединений / XIV Российская конференция «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 17-20 октября 2017 г. с. 294-295.

2. Патент РФ № 2311225, МПК В 01 J 19/00. Плазменная установка для получения нанопорошков / Алексеев Н. В., Самохин А. В., Цветков Ю. В.

Электронно-микроскопическое исследование композитной мембраны с тонким селективным слоем основе твердых растворов Pd-Cu и Pd-Pb на поверхности двухслойной гетероструктуры с двухуровневой пористостью

А.И. Донцов¹, Д.А. Синецкая¹, С.В. Горбунов²

¹Воронежский государственный университет, 394018, Воронеж, Россия

²ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, 119334, Москва

В качестве пористой гетероструктуры был выбран нанопористый оксид титана/микропористая нержавеющая сталь [1], а в качестве материала селективного слоя нанокompозитной мембраны выбраны твердые растворы систем Pd – 46 Cu (Ат.%) и Pd – 5 Pb (Ат.%).

Морфологию и элементный состав слоев гетероструктуры исследовали методами РЭМ (Jeol JSM-6380LV с системой микроанализа INCA Energy 250). Селективные слои толщиной около 4,0 мкм наносили на поверхность не нагретой гетероструктуры при 400 °С методом магнетронного распыления мишени соответствующего состава. Морфологию свободной поверхности мембраны, поверхности поперечных срезов и субструктуру «cross-section» образцов мембраны исследовали методами РЭМ (QUANTA 3D 200i) и ПЭМ (Titan™ 80-300).

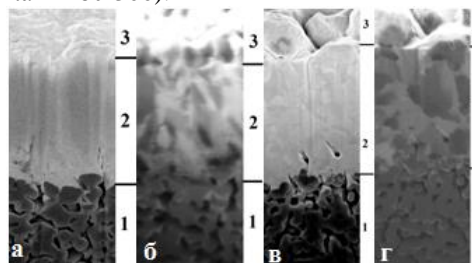


Рис. 1. РЭМ изображения участков поверхности поперечного среза мембраны, включающих часть слоя оксида титана (1), селективный слой (2) Pd-Pb (а,б) и Pd-Cu (в,г), и свободной поверхности селективного слоя (3); а,в – в отраженных электронах, б,г – в отраженных ионах.

На рис. 1 приведено РЭМ-изображение поперечных срезов мембран на основе систем Pd-Pb (а, б) и Pd-Cu (в, г). Селективные слои не имеют сквозных пор, металл не проникает в нанопоры оксида титана, нет расслоения на межфазной границе. В обоих вариантах селективные слои

имеют высокодисперсную субмикроструктурную зеренную структуру. Слои первой системы имеют более дисперсную структуру. Высокодисперсная структура селективного слоя и отсутствие свойственной пленкам металлов с ГЦК решеткой текстуры $\langle 111 \rangle$ первой системы (дифрактограмма на рис. 1а) обусловлены наличием второй компоненты; второй системы – двухфазным составом (рис 1б). Судя по соотношению интенсивности основных отражений доля β -фазы составляет 2/3.

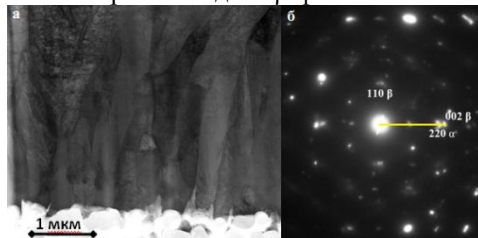


Рис. 2. ПЭМ изображение «cross-section» образца мембраны в области межфазной границы Pd-Cu/TiO₂

ПЭМ-изображения «cross-section» образца слоя системы Pd-Cu (рис.2а) подтверждает вывод о его компактной (беспористой) структуре. Она образована блоками анизотропной формы по всей толщине слоя, соответствующими текстуре роста $\langle 110 \rangle \beta$ -фазы как результат эволюционной селекции зерен благоприятной ориентации. Картина микродифракции (рис. 2б) с участка исследуемого образца подтверждает двухфазный состав ($\beta + \alpha$). Параллельность направлений $\langle 110 \rangle \alpha$ и $[001] \beta$ соответствует ориентационным соотношениям Нишияма и Вассермана, характеризующему превращения $\alpha \leftrightarrow \beta$ по Бейну [2].

Таким образом, показана возможность создания композитной мембраны в процессе магнетронного распыления сплавов палладия на фольгу со сквозной градиентной (микро-нано) пористостью.

Выражается благодарность Новикову В.И. (ООО «Мембранные нанотехнологии») за предоставление подложек.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России высшим учебным заведениям и научным организациям в сфере научной деятельности (проект №4.7972.2017/8.9).

1. Способ изготовления фильтрующего материала: пат. 2040371 Рос. Федерация МПК В22F 7/04 (1995.01) / Лаповок В.Н, Новиков В.И., Трусов Л.И.; заявитель патентообладатель Лаповок В.Н, Новиков В.И., Трусов Л.И. - 93025600/02; заявл. 28.04.1993; опубл. 25.07.1995

2. Bain E.C. The Nature of Martensite / E.C. Bain // Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng. vol70, pp. 25-46 1924

Кристаллография и электронное строение одномерных нанокристаллов в условиях пространственного ограничения

А.А. Елисеев¹, Н.И. Вербицкий¹, А.А. Волыхов¹, А.С. Кумсков², В.Г. Жигалина², А.Л. Васильев³, Н.А. Киселев³

¹ *Факультет наук о материалах, Химический факультет
МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

² *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ
“Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия*

³ *Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”,
Москва, Россия*

Рассмотрен процесс формирования, атомная структура и электронное строение нанокомпозитов на основе низкоразмерных наноструктур, формируемых заполнением внутренних каналов одностенных углеродных нанотрубок (ОСНТ) различными неорганическими соединениями. Методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения выявлены особенности кристаллической структуры одномерных кристаллов, формируемых в пространственно-ограниченном объеме ОСНТ в диапазоне диаметров 1,25 - 2,0 нм. Показано, что до определенного предела (порядка 2-3 постоянных решетчатых) структура нанокристаллов наследует структуру объемного соединения, при этом направление оси нанокристалла определяется минимальным вкладом “оборванных связей”. В пограничной области существенную роль играет взаимодействие кристалла с нанотрубкой приводящие к существенным искажениям и изменению кристаллографической оси одномерного нанокристалла. При дальнейшем уменьшении размера наноконтейнера формируются одномерные кристаллы с наноразмерными модуляциями атомной плотности, обусловленные необходимостью зарядовой компенсации отдельных кристаллических фрагментов. Результаты экспериментальных исследований подтверждены *ab-initio* расчетами. Показано, что структурные изменения в кристаллографической конфигурации одномерных кристаллов влекут за собой перераспределение плотности заряда на стенках ОСНТ и в некоторых случаях - появлению модуляций электронной плотности.

Изменение потенциала достигает 0,4 эВ, что соответствует флуктуациям плотности заряда до 0,14 е/атом.

В работе представлен анализ влияния атомного строения и химической природы модификаторов на электронную структуру одностенных углеродных нанотрубок и графена. Проиллюстрировано отклонение электронной структуры X@ОСНТ от модели жестких зон, обусловленное химическим связыванием внедренного нанокристалла и ОСНТ и реализуемое путем формирования обобществленных локализованных электронных состояний между *d*-орбиталями металла и *2p_z*-орбиталями углерода. Рассмотрены эффекты размерности графенового листа на электронное строение и возможность возникновения химической связи между стенками ОСНТ и нанокристаллом “гостя”. Представлены результаты по возможности формирования квази-свободных одномерных нанокристаллов. На основании анализа широкого спектра нанокомпозитов X@ОСНТ показано, что изменение электронной структуры ОСНТ при внедрении во внутренний канал определяется степенью перекрытия *S2p_z*-орбиталей и зависит от частичного заряда на нанокристалле. Показана возможность контролируемого допирования ОСНТ и графена путем внедрения различных неорганических соединений и создания электронных устройств на основе композитов. На основании данных о контактном взаимодействии и химическом связывании низкоразмерных углеродных наноструктур с допантом показана возможность формирования эпитаксиального квази-свободного графена на полупроводнике графен/Ge/Ni.

Электроннографические *in situ* исследования структурных фазовых превращений при твердофазной реакции в двухслойной тонкопленочной наносистеме Al/Pt

С.М. Жарков^{1,2}, Р.Р. Алтунин², Е.Т. Моисеенко²

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

² Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия

Интерметаллические соединения Al-Pt применяются в микроэлектронных устройствах, обладают эффектом памяти формы, могут использоваться в качестве огнеупорных сплавов и в конструкциях солнечных элементов. Надежность микроэлектронных устройств определяется стабильностью физико-химических свойств тонкопленочных систем, входящих в состав электронных компонентов. В связи с этим актуально исследование процессов твердофазных реакций, протекающих на границе раздела нанослоев различного состава. В результате твердофазной реакции образуются новые соединения с физико-химическими свойствами отличными от свойств исходной тонкопленочной системы.

Получена серия двухслойных тонких пленок Al/Pt с суммарной толщиной до 50 нм (атомное соотношение Al:Pt \approx 1:1). Электронно-микроскопические исследования пленок Al/Pt в исходном состоянии показали, что размер кристаллитов платины составлял 4-6 нм, размер кристаллитов алюминия – 5-20 нм. Картина дифракции электронов, полученная от пленки в исходном состоянии, содержит дифракционные рефлексы, принадлежащие гранцентрированным кубическим фазам: Al (Fm-3m, параметр решетки $a=4.05 \text{ \AA}$) и Pt (Fm-3m, $a=3.91 \text{ \AA}$).

С целью получения информации о процессах фазообразования при твердофазной реакции проведена серия нагревов пленок Al/Pt от комнатной температуры до 500°C со скоростью 10°C/мин. Исследование проведено методом *in situ* дифракции электронов непосредственно в процессе твердофазной реакции, инициированной термическим нагревом в колонне просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100. Исследованы структурные фазовые превращения, установлена последовательность формирования фаз в процессе твердофазной реакции в двухслойной тонкопленочной наносистеме Al/Pt. Установлено, что при температуре $\approx 270^\circ\text{C}$ в результате реакции между слоями алюминия и платины первой формируется аморфная фаза PtAl₂. В ходе дальнейшего нагрева последовательно формируются кристаллические фазы PtAl₂, Pt₂Al₃, PtAl,

Pt_3Al , что качественно согласуется с моделью эффективной теплоты формирования [1]. Проведен количественный анализ содержания фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции (Рис. 1). Показано, что в температурном диапазоне 310-410°C происходит образование фазы $PtAl$

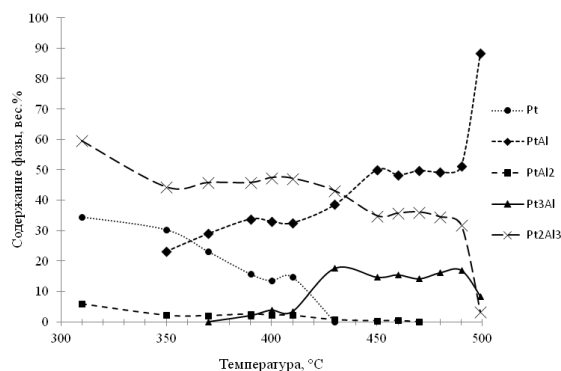


Рис. 1. Изменение фазового состава в процессе твердофазной реакции в двухслойной тонкопленочной наносистеме Al/Pt.

за счет снижения содержания фаз ГЦК платины, Pt_2Al_3 и $PtAl_2$. В температурном диапазоне 410-430°C за счет структурного фазового превращения $Pt+PtAl \Rightarrow Pt_3Al$ происходит увеличение содержания фазы Pt_3Al , одновременно происходит структурное фазовое превращение $Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl$, обеспечивая увеличение содержания фазы $PtAl$. В ходе дальнейшего нагрева увеличение содержания фазы $PtAl$ (до ≈ 90 вес.%) происходит за счет уменьшения содержания фаз Pt_2Al_3 и Pt_3Al .

Необходимо отметить, что количественный анализ становится возможным только после того, как дифракционные рефлексы формирующихся фаз достигнут достаточной интенсивности. При этом дифракционные рефлексы фаз Pt, $PtAl$, Pt_2Al_3 и $PtAl_2$, обладающие максимальной интенсивностью, расположены на картине дифракции электронов достаточно близко друг к другу, поэтому не удастся определить точную температуру начала формирования фазы $PtAl$, а анализ содержания данной фазы становится возможным только при достижении температуры 350°C (см. Рис. 3), когда содержание фазы $PtAl$ составляет ≈ 20 вес.%.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-03-01173а).

1. R. Pretorius, T.K. Marais, C.C. Theron. Materials Science & Engineering R, 1993, 10, 1-83.

Структура стали после обработки деформирующим резанием

О.М. Жигалина¹, А.Г. Дегтярева², Д.Н. Хмеленин¹, В.Н. Симонов²,

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

² *Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, Москва*

Метод ДР относится к высокоскоростной механо-термической обработке, в результате которой происходит значительное упрочнение поверхностного слоя материала [1,2]. В данной работе методами световой и электронной микроскопии, электронной дифракции, энергодисперсионного анализа проведено исследование сталей марки сталь35 и У8 после обработки деформирующим резанием (ДР). Установлены фазовый состав и особенности структуры упрочненного поверхностного слоя, состоящего из областей (ребер) с аналогичным характером периодической структурной неоднородности: в области ребра, прилегающей к резцу, обнаружена мартенситоподобная структура разной степени дисперсности; в зоне, удаленной от воздействия резца, преобладают ферритные области с размером зерен 1,0 -1,5 мкм. Выявленная периодическая неоднородность структуры обусловлена неравномерным распределением температурного поля в процессе обработки ДР. Обнаружено частичное растворение, изменение формы и размеров пластин цементита вплоть до образования наноразмерных включений в матрице α -Fe в результате пластической деформации, вызванной обработкой ДР. Результаты исследования структурного состояния сопоставлены с изменением механических характеристик упрочненного слоя.

Электронно-микроскопические исследования были выполнены с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Федерального агентства научных организаций (Соглашение № 007-ГЗ/ЧЗ363/26) Минобрнауки России.

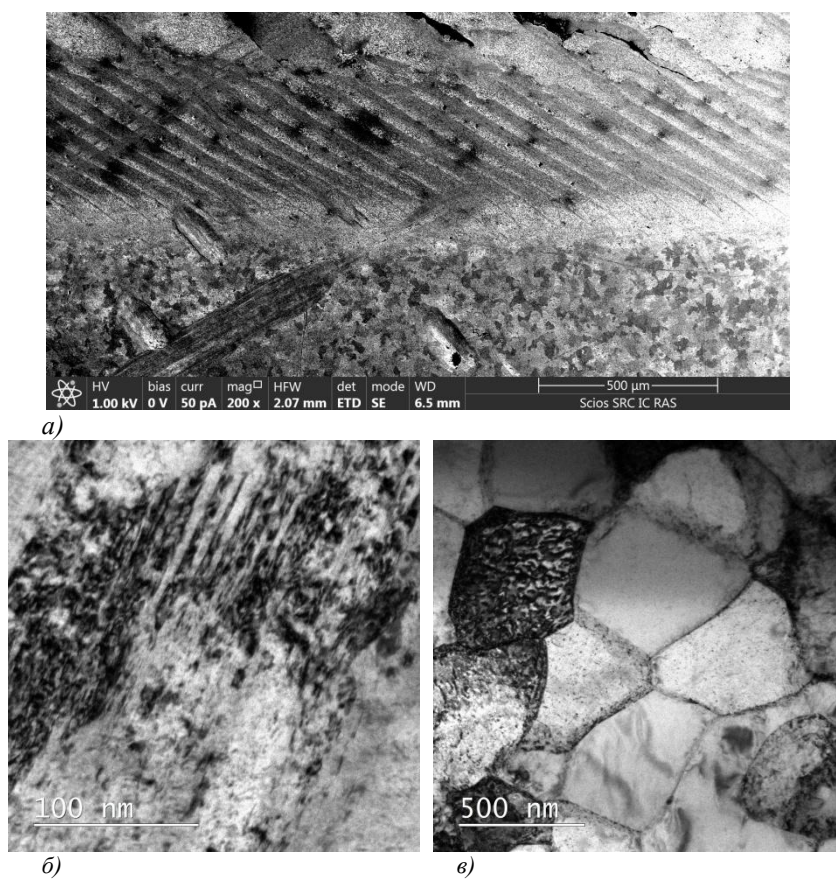


Рис. 1. Структура стали У8 после обработки ДР: а) изображение поверхностного слоя (РЭМ, FEI Scios); б) нанопластины цементита в прирезцовой зоне (ПЭМ, FEI Osiris), в) ферритные зёрна в свободной зоне.

1. *Зубков Н.Н., Васильев С.Г. // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. №8. С.3.*
2. *Zubkov N., Poptsov V., Vasiliev S. // Jordan Journal of Mechanical and Industrial Engineering. 2017. Vol. 11, №1. P. 13.*

Электронная микроскопия нанопроволок Cu/Ni

О.М. Жигалина¹, Д.Н. Хмеленин¹, И.М. Иванов², Д.Л. Загорский^{1,4}, С.А. Бедин^{1,5}, И.М. Долуденко^{1,3}

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

² *Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, Москва*

³ *Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва*

⁴ *Российский государственный университет нефти и газа им. И.М. Губкина, Москва*

⁵ *Московский педагогический государственный университет, Москва*

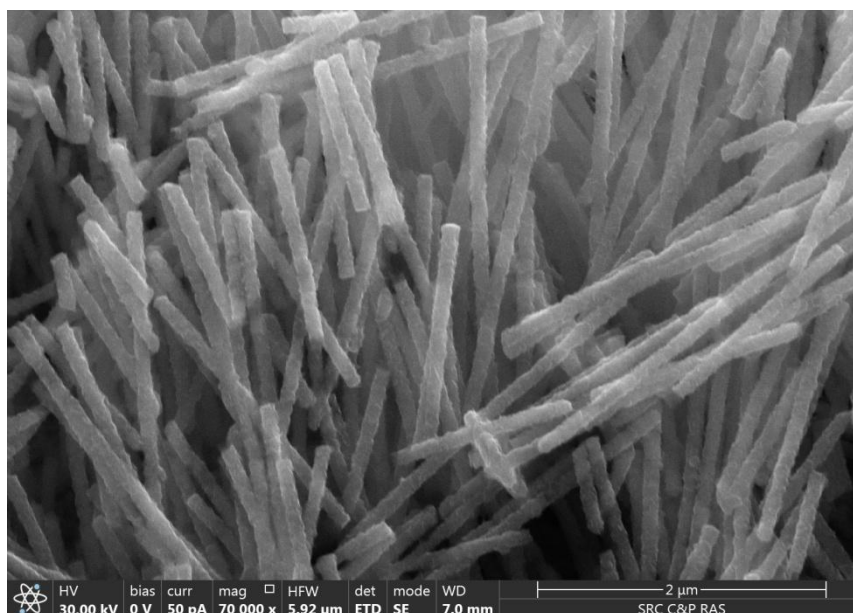
Методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии, электронной дифракции, энергодисперсионного анализа исследована структура и фазовый состав нанопроволок (НП), состоящих из слоёв Ni и Cu, синтезированных в каналах трековых мембран методом электроосаждения. Количество пар слоёв в исследованных НП соответствовало количеству циклов электроосаждения и составляло 10, 20 и 50.

Показано, что НП имеют постоянный диаметр 100 нм по всей длине и состоят из чередующихся слоёв Ni (Fm3m) и Cu (Fm3m). Размер отдельных зёрен Ni и Cu может достигать 100 нм, то есть некоторые звенья имеют монокристаллическую структуру. Установлено, что кроме металлов в составе НП присутствуют оксидные фазы Cu₂O (CuO) размером от 5 до 20 нм.

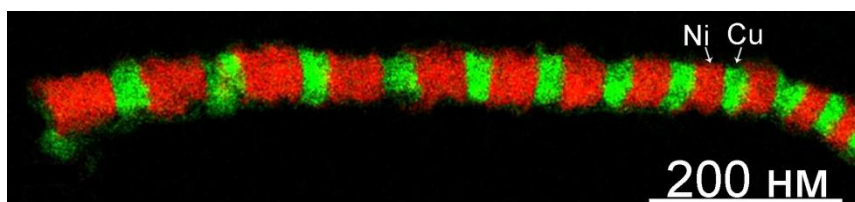
Обнаружены следующие особенности геометрии слоёв нанопроволок:

- слои могут располагаться перпендикулярно к оси НП и под наклоном;
- толщина слоёв составляет в основном 50-100 нм, в отдельных случаях она может постепенно изменяться по длине НП, что свидетельствует о неодинаковых условиях роста в процессе электроосаждения металлов в порах трековых мембран.

Электронно-микроскопические исследования были выполнены с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Федерального агентства научных организаций (Соглашение № 007-ГЗ/ЧЗ363/26) Минобрнауки России.



a)



б)

Рис. 1. Структура нанопроволок Cu-Ni: а) массив НП, синтезированных в каналах трековых мембран (РЭМ, FEI Scios); б) карта распределения химических элементов в нанопроволоке (ПЭМ, FEI Osiris).

1. *Ohgai T.* // *Electrodeposited Nanowires and Their Applications* Edited by Nicoleta Lupu 2010, 61.
2. *О.М. Жигалина, И.М. Долуденко, Д.Н. Хмеленин, Д.Л. Загорский, С.А. Бедин, И.М. Иванов* Кристаллография 2018, 3, in press

Электроконтактный материал на основе Ag, дисперсно-упрочненный нанопорошками оксидов Zn, Sn и Ti

Г.М.Зеер, Е.Г.Зеленкова, О.Н.Ледяева

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет»
660041, Россия, Красноярск, пр. Свободный, 79*

Электроконтактные композиционные материалы на основе серебра с дисперсноупрочняющими и дугогасящими добавками порошков металлов, оксидов металлов имеют высокую эрозионную и коррозионную стойкость, твердость, электро- и теплопроводность, однако все эти свойства являются структурно чувствительными. При разработке новых составов необходимо изучить влияние размеров пор и формирующихся в процессе твердофазного спекания фаз в структуре компакта на физико-механические и эксплуатационные свойства [1-3]. Целью работы является исследование микроструктуры и свойств электроконтактного материала на основе серебра, в состав которого введена комплексная дугогасящая и дисперсно-упрочняющая добавка из нанопорошков оксидов Sn, Ti и Zn.

Для изготовления образцов использовали порошок Ag и нанопорошки SnO₂, TiO₂, ZnO. Порошок Ag имеет средний размер частиц $d_{cp} \approx 5 \pm 3$ мкм, нанопорошок SnO₂ – $d_{cp} \approx 70 \pm 10$ нм, TiO₂ – $d_{cp} \approx 20 \pm 5$ нм и ZnO – $d_{cp} \approx 8 \pm 2$ нм [4, 5]. Образцы изготавливали методом порошковой металлургии: прессование в жесткой матрице, твердофазное спекание, допрессовывание и отжиг. Состав и свойства полученных образцов представлены в табл. 1.

Табл. 1. Состав и свойства спеченного электроконтактного материала

Образец	Содержание элемента, % масс.					Пористость образцов, %	Микротвердость, МПа	Электроэрозионный индекс, мг/цикл
	Ag	ZnO	TiO ₂	SnO ₂	CdO			
Z1	97,9	1	0,1	1	-	5,8	29	0,0061
Z2	96,9	2	0,1	1	-	4,7	27	0,0124
Z3	95,9	3	0,1	1	-	5,5	33	0,0132

Определено, что с увеличением количества добавок нанопорошков в состав материала электроконтакта незначительно растет микротвердость, пористость и удельное электросопротивление (табл.1). Электронно-микроскопическими методами обнаружено, что размеры дисперсноупрочняющих и дугогасящих фаз находятся в интервале от 0,3 до 3 мкм (рис.1, а-в), пористость спеченных образцов составляет 4,7-5,8%, микропоры встречаются в агломератах из

добавок нанопорошков, что объясняется агломерированием их при смешивании и зональным обособлением при спекании. Размер единичных пор не превышает 0,5 мкм. Методом энергодисперсионного микроанализа определен элементный состав фаз: соотношение элементов в атомн. % позволило выявить метастаннат цинка $ZnSnO_3$ и ортотитанат цинка Zn_2TiO_4 , формирующиеся в процессе спекания при твердофазном взаимодействии оксидов олова и цинка (рис.1, г-е).

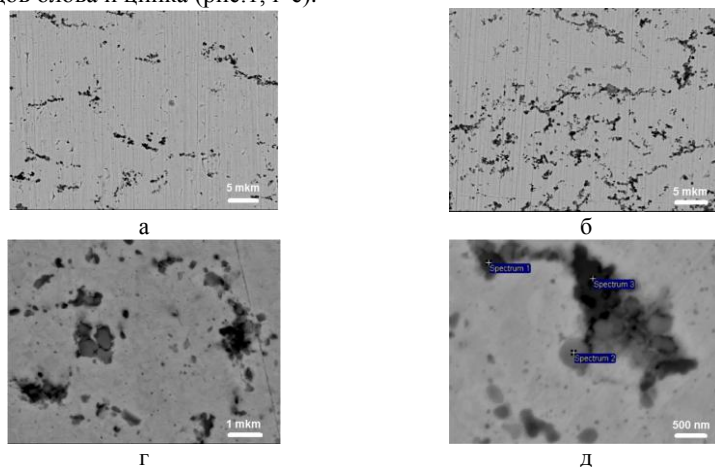


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры спеченных образцов, общий вид: а – Z2; б – Z3; в – Z1- типичный вид включений оксидных фаз; г – Z2 с маркерами спектров ХРИ

Показано, что оптимальными свойствами и микроструктурой обладает электроконтактный материал (образец Z1), в составе которого впервые используется комплексная добавка, состоящая в исходном состоянии из смеси нанопорошков TiO_2 , SnO_2 и ZnO в количестве 0,1вес.% TiO_2 -1вес.% SnO_2 -1вес.% ZnO .

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 16-08-00789 а.

[1] *Holm H.* Electric Contacts. Berlin: Springer-Verlang, 2010. 482 p.

[2] *Schatt W., Wieters K.-P., Kieback B.* Pulvermetallurgie. Technologien und Werkstoffe / Dresden, Germany. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 2007. 547 p.

[3] *Qiao X., Shen Q., Zhang L., Chen L., Fan X., Yang H.* Rare Metal Materials and Engineering, 2014. Vol. 43. Issue 11. P. 2614–2618.

[4] *Зеер Г.М.* ФММ. 2012. Т.113. № 9. С.1–5.

[5] *Зеер Г.М., Зеленкова Е.Г., Белецкий В.В., Николаев С.В., Кожурин А.Н., Кучинский М.Ю., Григорьева О.А.* ЖТФ, 2015. Т. 85. Вып. 12. С. 88–93.

Исследование эволюции разориентировок границ деформационного происхождения методом EBSD-анализа

Н.Ю. Золоторевский¹, Э.А. Ушанова^{1,2}, В.В. Рыбин¹

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, Россия

² НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей», 191015, г. Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, д. 49, Россия

Получение металлических материалов с ультрамелкозернистой структурой посредством больших пластических деформаций обусловлено явлением фрагментации, которое сопровождается образованием большеугловых границ деформационного происхождения (ДП). По этой причине изучение закономерностей эволюции разориентировок границ ДП является одной из важных задач физического материаловедения. Однако при EBSD-анализе микроструктуры возникает проблема отделения в общем распределении разориентировок вклада границ ДП от вклада исходных границ зерен, в особенности при деформациях от 1 до 3, когда общая длина большеугловых границ ДП и исходных границ сопоставима. В настоящей работе предлагается основанный на EBSD-анализе метод, который обеспечивает возможность такого разделения с приемлемой точностью в определенном диапазоне деформаций и режимов деформации.

В докладе представлено исследование, в котором с помощью предложенного метода исследованы распределения разориентировок границ ДП в поликристаллической меди и железе, деформированных одноосным сжатием и 2D-ковкой. Показано, что эволюция большеугловых границ ДП происходит аналогично в железе и меди и слабо изменяется при увеличении температуры деформации от комнатной до 400°C для железа и до 300°C для меди. Во всех случаях распределение разориентировок большеугловых границ ДП может быть представлено как суперпозиция трех частных распределений, каждое из которых развивается в соответствии со своими закономерностями.

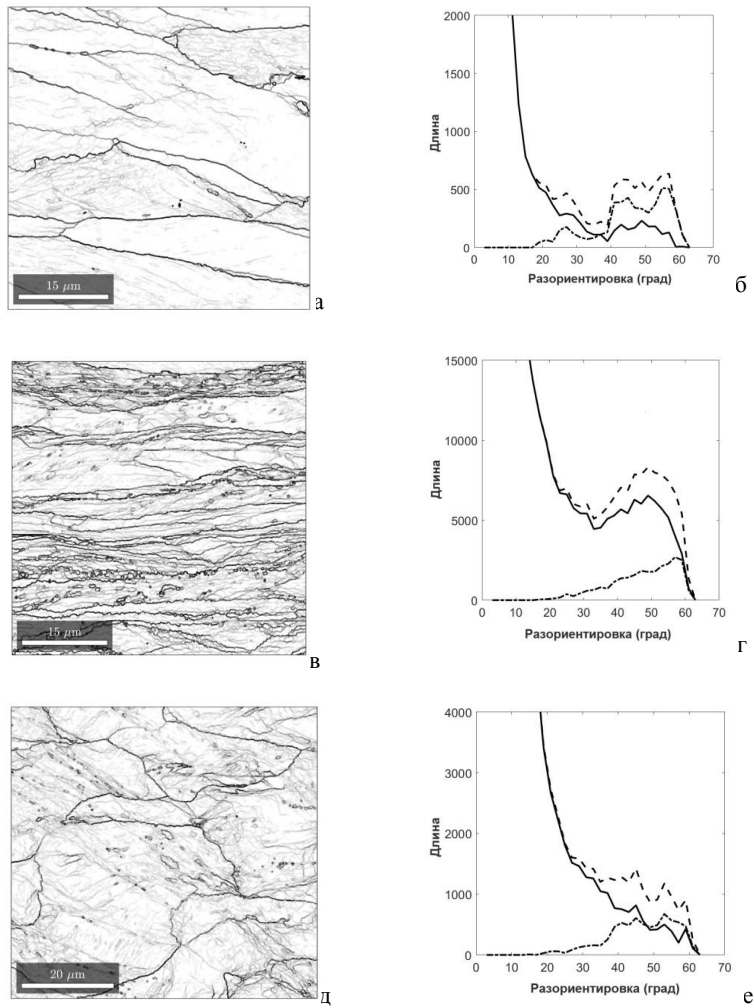


Рис. 1. EBSD-карты границ зерен и графики, иллюстрирующие процедуру выделения распределений разориентировок большеугловых границ зерен деформационного происхождения: а, б – железо, одноосное сжатие при комнатной температуре, $\varepsilon = 1$; в, г – медь, одноосное сжатие при комнатной температуре, $\varepsilon = 1,8$; д, е – железо, 2D-ковка, $\varepsilon = 5$. На графиках: штриховая линия – полный спектр границ, штрих-пунктирная – исходные границы зерен, непрерывная линия – БУГ ДП

Исследование атомарного строения эпитаксиального слоя $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ методом высокоразрешающей электронной микроскопии

Ю.С. Зыбина¹, А.С. Приходько¹, Н.И. Боргардт¹, Е. Zallo², R. Calarco²

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.

Халькогенидные материалы на основе соединений Ge-Sb-Te (GST) широко используются в устройствах энергонезависимой фазовой памяти, характеристики которой существенным образом зависят от скорости фазового перехода между аморфным и кристаллическим состоянием с кубической (г.ц.к.) решеткой [1,2]. Поэтому исследование атомарной структуры слоев GST в кубической фазе является важной задачей для усовершенствования технологии их получения. Высокорастворяющая электронная микроскопия (ВРЭМ) обладает широкими возможностями для решения этой задачи.

В настоящей работе исследовался слой $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$, выращенный методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке Si(111). Образцы поперечного сечения изучались в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200, оснащенный корректором сферической аберрации объективной линзы, при ускоряющем напряжении 200 кВ.

На основе анализа ВРЭМ-изображений установлено, что слой GST обладает г.ц.к. решеткой. Его характерной особенностью является упорядочение присутствующих в ячейке GST вакансий в плоскостях (111), что приводит к появлению так называемых ван-дер-ваальсовых щелей и формированию блочной структуры слоя (рис. 1а). Размер таких блоков может достигать нескольких нанометров, а его наименьшее значение составляет 1,35 нм, что соответствует соединению GeSb_2Te_4 . Несмотря на образование соединений различного состава, средняя концентрация элементов в слое GST отвечает стехиометрическому значению для $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$.

Смежные блоки GST могут являться двойниками с плоскостью двойникования (111). На рис. 1б сплошными линиями показаны плоскости (002) соседних блоков, разворот между которыми составляет $70,5^\circ$, что согласуется с теоретическим значением для GST в кубической фазе [3]. Такой же разворот плоскостей выявляется на границе Si/GST.

Как видно из рис. 2а, полученного в оси зоны Si [112], в слое GST могут формироваться области материала с ориентациями (110) и (112). Соответствующие фурье-образы с обозначенными рефлексами представлены

на рис. 2б, в. Сплошными линиями на рис. 2а показаны плоскости $(2\bar{2}0)$ в областях слоя GST с различной ориентацией. Также в слое встречается разупорядоченная кубическая фаза с хаотичным расположением вакансий (рис. 1а).

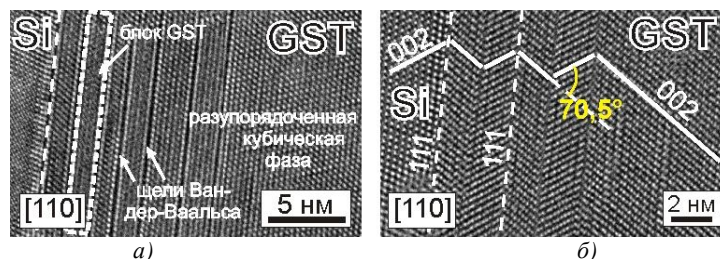


Рис.1. ВРЭМ-изображения в оси зоны Si [110], иллюстрирующие: а) упорядочение вакансий в плоскостях (111) с формированием блочной структуры (слева) и разупорядоченную кубическую фазу (справа); б) двойникование в слое GST и на границе Si/GST, плоскости (002) показаны сплошными линиями, плоскости двойникования (111) – пунктирными

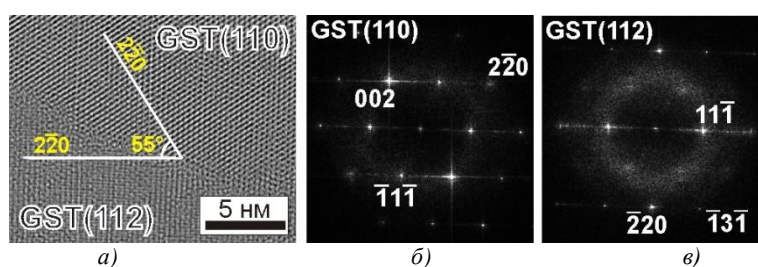


Рис.2. а) Области слоя GST в ориентациях (110) и (112), б) и в) соответствующие фурье-образы с показанными рефлексами

Установлено, что исследуемый эпитаксиальный слой $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ в основном соответствует кубической фазе с упорядоченным положением вакансий в плоскостях (111). Между блоками GST, а также на границе Si/GST выявлено двойникование по плоскостям (111). Также в слое могут формироваться участки с разупорядоченной кубической фазой и области с существенно различной ориентацией относительно подложки.

1. M. Wuttig, N. Yamada Nature mater., 2007, 6, 824-832.
2. S.A. Song, W. Zhang, H.S. Jeong, J. Kim, Y. Kim Ultramicroscopy, 2008, 108, 1408-1419.
3. I. Hilmi, A. Lotnyk et.al. Materials & Design, 2016, 115, 138-146.

Исследование композитных материалов Fe,Co@УНТ методами ПЭМВР

А.В. Ищенко^{1,2}, С.И. Мосеенков¹, М.А. Казакова^{1,2}, В.Л. Кузнецов^{1,2}

¹ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, 630090, г. Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, 630090, г. Новосибирск, Россия

Многослойные углеродные нанотрубки (УНТ) становятся наиболее перспективными компонентами новых композиционных материалов на основе полимерных, металлических и керамических матриц для широкой области применения [1]. Добавление к УНТ наночастиц Fe и Co, обладающих магнитными свойствами, позволит контролируемо менять электрофизические свойства композитных материалов [2].

В данной работе были проведены исследования методами ПЭМВР (JEOL-2010) композитных материалов с различным содержанием Co и Fe.

Для синтеза композитных материалов использовали модифицированные УНТ с внутренним диаметром 3-5 нм и толщиной стенок 2-6 нм. Длина УНТ может составлять десятки микрон, в связи с чем, для увеличения степени доступности внутренней полости, УНТ были модифицированы в растворе азотной кислоты с образованием большого количества дефектов в структуре стенок. Co и Fe вводили пропиткой по влагеёмкости из растворов нитратов различной концентрации с последующей сушкой и прокаливанием.

На Рис.1. представлены типичные электронно-микроскопические изображения Co-содержащих частиц внутри и снаружи УНТ [3].

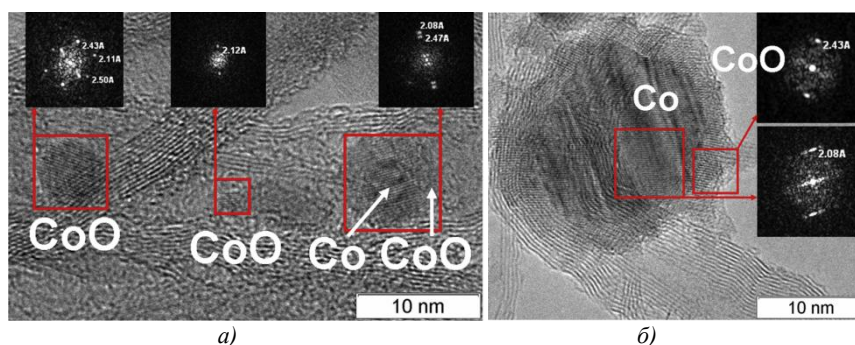


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения композитов Co-УНТ и Фурье-дифрактограммы с обозначенными межплоскостными расстояниями на вставках:

а) композит 7.5%Co-УНТ – частицы внутри каналов УНТ, б) композит 11.7%Co-УНТ – частицы с core-shell структурой снаружи УНТ.

Было обнаружено, что при малых концентрациях модифицирующего агента происходит формирование наночастиц преимущественно внутри УНТ. При этом их размеры ограничиваются стенками внутреннего канала. Также обнаруживаются частицы внутри УНТ с поперечным размером порядка толщины внутреннего канала и продольным размером более 100 нм вдоль роста УНТ.

Следует отметить, что Co,Fe-содержащие частицы во внутренней полости локализуются либо на концах УНТ, либо в непосредственной близости к дефектам стенок УНТ.

При повышении концентрации частицы формируются в основном снаружи УНТ. Их размеры варьируются в пределах от 5 до 50 нм. При построении гистограмм распределения по размеру частиц обнаружилось, что увеличение количества частиц вне полости УНТ сопровождается резким снижением их количества внутри УНТ.

Работа проведена в рамках выполнения проекта РНФ №17-73-20293.

1. *M.F.L. De Volder, S.H. Tawfik, R.H. Baughman, A.J. Har.* Science (2013) 339, 6119, 535-539.
2. *A.-H. Lu, E.L. Salabas, F. Schüth.* Angew. Chem. Int. Ed. (2007), 46, 1222-1244.
3. *A.S. Andreev, M.A. Kazakova, A.V. Ishchenko, A.G. Selyutin, O.B. Lapina, V.L. Kuznetsov, J.-B. d'Espinose de Lacaillerie.* Carbon (2017), 114, 39-49.

Микроструктурные исследования плазменных покрытий гидроксиапатита на титановых подложках

Калита В.И.¹, Чернов М.С.², Соколов В.Н.²

¹Институт металлургии и материаловедения им. АА. Байкова РАН, г. Москва, Россия

²Геологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

Систему имплантат - костная ткань надо рассматривают как сложный вариант композиционного материала, граница раздела в котором формируется при врастании новой костной ткани в поверхность имплантата. Поверхность Ti имплантата формируют с одновременным учетом многих факторов в области механики нагружения, плазменного напыления и медицины. Проблемы использования Ti связаны с десятикратной разницей модуля упругости Ti и костной ткани и отсутствием между ними прочной химической связи. Пористые Ti плазменные покрытия имеют промежуточный модуль упругости и развитую поверхность. Дополнительное плазменное покрытие гидроксиапатита (ГА) повышает биоактивные свойства. Покрытие ГА должно быть плотным и прочным и одновременно иметь пористость в поверхностном слое[1]. При плазменном напылении ГА, из-за высокой скорости охлаждения частиц, возможно образование неравновесных фаз, которые имеют высокую скорость резорбции в организме. Для надежной длительной эксплуатации имплантатов в живом организме необходимо чтобы ГА находился в стабильном равновесном состоянии. Авторы предложили трехмерное капиллярно пористое (ТКП) Ti покрытие в виде гребней и впадин[2, 3]. Во впадинах сосредоточен основной объем пор покрытия, до 50%. Поскольку пористость сформирована в ТКП Ti покрытия, то ГА покрытие возможно напылять плотным, прочным и с равновесной структурой, при достаточном уровне активации напыляемых ГА частиц и Ti подложки. Активность подложки повышают за счет ее предварительного подогрева вплоть до 600°C. Увеличение температуры подогрева Ti подложки с 20°C до 550°C повышает микротвердость границы «ГА покрытие - Ti подложка» с 2,32 до 3,07 ГПа. Неравновесность фазового состава покрытия ГА зависит от температуры Ti подложки. При исходной температуре подложки 20°C на рентгенограмме фиксируется гало и в интервале температур 615-727°C фиксируется выделение тепла при ДТА анализе. У покрытия напыленного на подогретую подложку эти показатели неравновесной структуры отсутствуют. По данным рентгеновского анализа субструктура покрытия, напыленного при исходной температуре подложки

20°C, содержит кристаллиты размером порядка 20 нм (рисунок 1а). Предполагаем, что наноразмерные фазы выделяются из аморфной фазы непосредственно при плазменном напылении. При напылении ГА покрытия на подогретую до 550°C подложку размер кристаллитов увеличивается до 36 нм, изменяется характер их ориентации. Кристаллиты ориентируются длинной осью перпендикулярно к подложке в направлении тепловода, с эффектом эпитаксиального роста в последующих затвердевающих частицах (рисунок 1б).

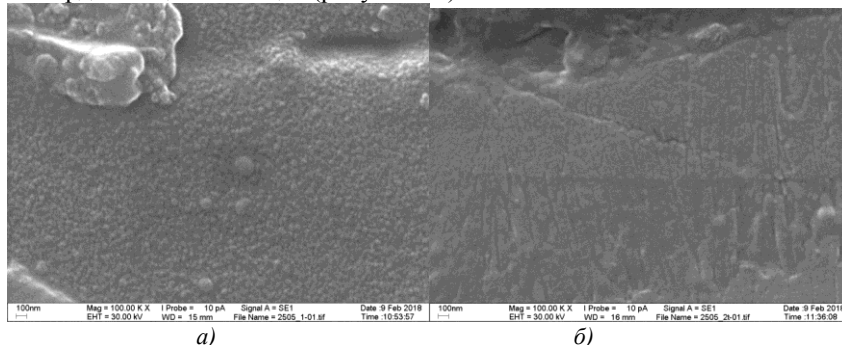


Рис.1. Микроструктура покрытий ГА напыленных на Ti подложку с начальной температурой: а – 20°C, б – 550°C.

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда, проект №15-19-00078. В качестве аппаратной базы для исследований применялись РЭМ LEO 1450VP (Германия), оснащенный энерго-дисперсионным спектрометром INCA Energy 300 (Великобритания), приобретенных в рамках реализации Программы развития Московского университета.

1. *Berndt C. C. et al.* A review of hydroxyapatite coatings manufactured by thermal spray // *Advances in Calcium Phosphate Biomaterials*. – Springer Berlin Heidelberg, 2014, 267-329.

2. *Kalita V.I., Gnedovets A.G.* Plasma Spraying of Capillary Porous Coating: Experiments, Modeling, and Biomedical Applications // *Plasma Processes and Polymers*. 2005. v. 2. 6. p. 485-492. DOI:10.1002/ppap.200500023.

3. *V. I. Kalita, D. I. Komlev, and A. A. Radyuk*, Structure and Mechanical Properties of Three-Dimensional Capillary-Porous Titanium Coatings on Intraosteal Implants. // *Inorganic Materials: Applied Research*, 2016, Vol. 7, No. 4, pp. 536–541.

Характеризация Eu содержащих дефектов в матрице Bi_2Se_3 .

И.А. Каратеев¹, Л.Н. Овешников^{1,2}, Ю.Г. Селиванов², Е.Г. Чижевский², Б.А. Аронзон^{1,2}, А.Л. Васильев^{1,3}

¹ *Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", 123182 Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1.*

² *Физический институт им.П.Н. Лебедева Российской академии наук, 119991 ГСП-1 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 53.*

³ *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, 119333 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 59.*

Новый класс материалов, именуемых топологическими изоляторами (ТИ), характеризуется рядом уникальных свойств, обуславливающих огромный интерес к их исследованию. На границе ТИ с тривиальным диэлектриком возникают топологически защищенные состояния, обладающие бесщелевым линейным спектром и жесткой связью спина носителей заряда с направлением их импульса. Среди наиболее перспективных трехмерных ТИ можно выделить Bi_2Se_3 за счет сравнительно большой ширины запрещенной зоны (0.3 эВ), достаточной для потенциальных приложений. Добавление магнитных примесей к топологическим изоляторам приводит к появлению необычных квантовых эффектов, таких как: квантовый аномальный эффект Холла и квантовый магнетозлектрический эффект.

В рамках настоящей работы исследовались пленки Bi_2Se_3 с магнитной примесью Eu ($J = 7/2$). Пленки были выращены методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке (111) BaF_2 . Содержание атомов Eu в получаемых пленках рассчитывалось исходя из скоростей роста референсных слоев Bi_2Se_3 и EuSe на подложке (111) BaF_2 . Для простоты концентрация атомов Eu в исследуемых пленках была пересчитана в предположении образования тройного раствора $(\text{Bi}_{1-x}\text{Eu}_x)_2\text{Se}_3$.

Для исследования методами электронной микроскопии на растровом электронно-ионном микроскопе Helios Nanolab 600i (Thermo Fisher Scientific, США) с помощью фокусированного-ионного пучка были изготовлены образцы поперечных срезов пленок Bi_2Se_3 вдоль направления $(1\bar{1}0)$ подложки. Образцы исследовались на просвечивающем электронном микроскопе Titan 80-300 Cs corr. (Thermo Fisher Scientific, США) с применением методов просвечивающей растровой электронной микроскопии высокого разрешения, спектроскопии характеристических

потерь энергии электронов (СПХЭЭ) и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭДРМА).

На рисунках 1а и 1б приведены темнопольные ПРЭМ изображения чистой пленки и пленки с содержанием Eu $x = 0.12$. Обнаружено, что атомы Eu распределяются в пленке исключительно неравномерно, образуя плоские включения (на рисунке 1б обозначены черными стрелками). Включения располагаются между квинт-слоями Bi_2Se_3 . Концентрация и размер включений растут с ростом содержания легирующего компонента – Eu. При этом, СХПЭЭ и ЭДРМА не детектируют атомы Eu вне дефектов. Учитывая размеры и количество дефектов, получается, что, скорее всего, они являются трехкомпонентными по составу (Eu-Bi-Se).

При содержании Eu около 0.1 наблюдается скачкообразный рост амплитуды нелинейного магнитного отклика, который интерпретируется как переход в коррелированное (ферромагнитное) состояние в рамках теории магнитной перколяции. При этом, такое упорядочение наблюдается ниже 8 К, а при большем содержании Eu – ниже 64 К [1].

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФ # 17-12-01345.

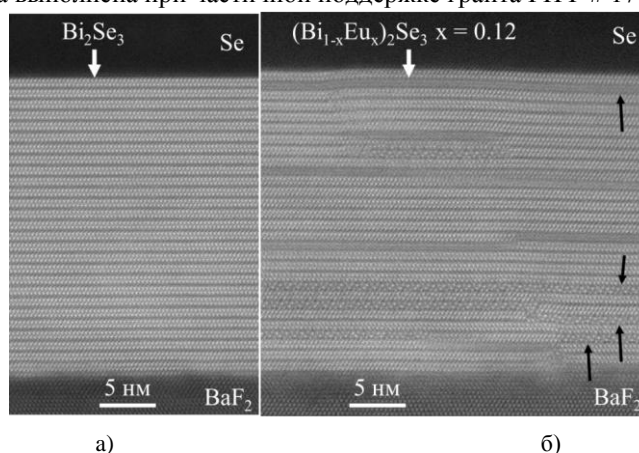


Рис. 1 Темнопольные ПРЭМ изображения (Titan 80-300 Cs cor.) а) нелегированная пленка Bi_2Se_3 б) пленка, легированная 12% Eu. Черными стрелками обозначены дефекты.

1. B.A. Aronzon, L.N. Oveshnikov, V.A. Prudkoglyad, Y.G. Selivanov, E.G. Chizhevskii, K.I. Kugel, I.A. Karateev, A.L. Vasiliev, E. Lähderanta, JMMM, 2017, doi: 10.1016/j.jmmm.2017.09.058

Структура нанопроволок Bi, полученных методом ВЧ-диодного распыления на различных подложках

Ю.А. Касумов¹, В.Т. Волков¹, А.Ю. Касумов^{1,2}, И.И. Ходос¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Laboratoire de Physique des Solides, Universite Paris-Sud, Orsay, France

Большой интерес к нанопроволокам (НП) висмута обусловлен возможностью исследования с их помощью квантовых размерных эффектов. Например, при уменьшении диаметра нанопроволок висмут может становиться полупроводником [1] и даже топологическим изолятором - материалом, проводящим электрический ток только в тончайшем поверхностном слое [2]. Для подобных исследований необходимы нанопроволоки Bi с большим аспектным отношением и совершенной кристаллической структурой. Цель настоящей работы заключалась в исследовании влияния различных подложек на последующий рост и структуру НП висмута.

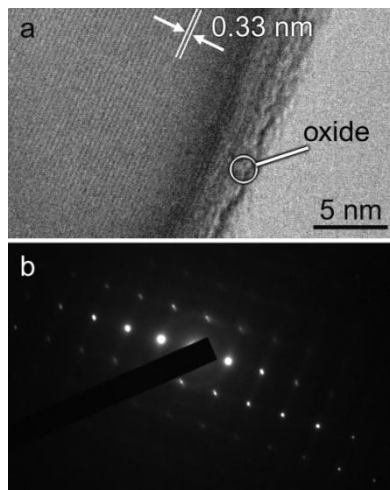


Рис.1. а) ПЭМ-изображение Bi нанопроволоки парогоазовой фазы; б) Электронограмма, полученная с участка проволоки длиной 1 мкм

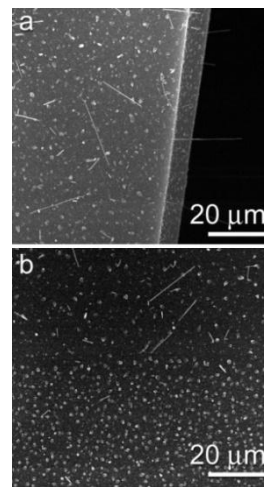


Рис.2. РЭМ изображения нанопроволок Bi на различных подложках: а) Fe/SiO₂/Si; б) плавный кварц (нижняя часть), пленка Fe (верхняя часть)

В данной работе применяли метод ВЧ диодного распыления Vi на нагретые до ~ 200 °С подложки [3]. Все параметры процесса осаждения для разных подложек оставались неизменными. В качестве подложек использовали кремний с ориентацией (111), окисленный кремний, плавленый кварц, и металлические пленки (Fe, Co, Ni, W, Au, Pt), осажденные на окисленный кремний или плавленый кварц методом электронно-лучевого испарения. Толщина металлических пленок составляла от 40 до 100 нм. Для характеристики НП использовали электронные микроскопы JEOL JEM-100CX и JEM-2000FX в режимах растровой и просвечивающей микроскопии.

В работе были получены НП Vi с отчетливо выраженной ромбоэдрической структурой длиной до десятков мкм и диаметром от 100 до 300 нм. Электронограммы свидетельствуют о монокристалличности участков нанопроволок длиной до нескольких мкм. Кроме того, обнаружено, что нанопроволоки покрыты очень тонким слоем окисла (рис. 1).

Установлено влияние различных подложек на характер роста НП. По степени эффективности получения нанопроволок (большое количество и большая длина) используемые подложки можно расположить следующим образом: Fe, Ni и Co, нанесенные на окисленный Si, Si(111), окисленный Si(100), плавленый кварц, W, Pt и Au, нанесенные на окисленный Si (рис.2).

1. Z.S. Lee, J.Ham, K. Jeon, J-S. Noh and W. Lee, *Nanotechnology*, 2010, 21, 405701.
2. M.Wada, S.Murakami, F Freimuth, G Bihlmayer, *Phys. Rev. B*, 2011, 83, 121310.
3. V.T. Volkov, A.Yu. Kasumov, Yu.A. Kasumov, I.I. Khodos, *Appl. Phys. A*, 2017, 123:503

Структура композитных волокон и пластин, полученных из оксидов алюминия и кальция

В.М. Кийко, А.А. Колчин, С.Т. Милейко, Н.И. Новохатская

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

Задачей настоящей работы является получение и исследование изделий в виде оксидных волокон и пластин, предназначенных для применения их в качестве армирующих компонентов в композитах с хрупкой матрицей (оксидной, интерметаллидной и других) с целью придания композитным структурам трещиностойкости, соответствующей уровню требований для конструкционных материалов. Обеспечение необходимой трещиностойкости реализуется через формирование композитной структуры собственно волокон и пластин. Такой способ выгодно отличается от известных способов [1-3] повышения трещиностойкости композитов путем нанесения покрытий на волокна материалов, обеспечивающих «слабую» границу раздела между волокном и матрицей.

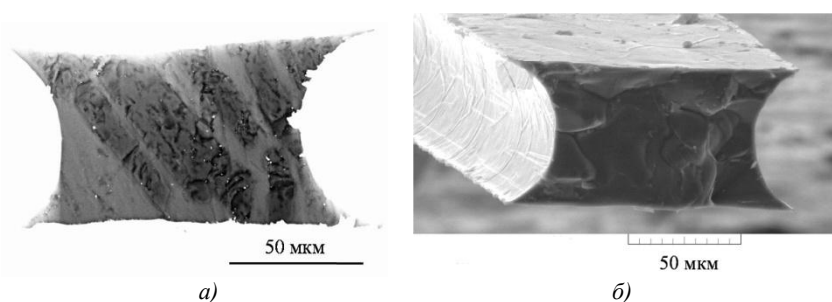


Рис. 1. Изображения, полученные на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) волокон с исходным составом Al_2O_3 -4.2 вес.%CaO, кристаллизованных со скоростью вытягивания в холодную зону 50 мм/мин: а) поперечное сечение волокна (шлиф); б) излом волокна; светлые области на снимках – кальций содержащие; темные – оксид алюминия.

Получение волокон и пластин в данной работе базируется на методе внутренней кристаллизации [4]. Заготовки в виде смеси порошков оксидов алюминия и кальция плавятся в тигле в вакуумной печи, и расплавом пропитывается молибденовый каркас с полыми каналами в форме получаемых изделий. После кристаллизации расплава в каналах молибденовый каркас удаляется травлением смесью азотной и соляной

кислот, и полученные волокна и пластины могут быть помещены в матрицу разрабатываемого композитного материала.

Структура волокон (рис. 1) и пластин (рис. 2б) представляет собой прочную матрицу сапфира (Al_2O_3) и «слабых» включений, в которые входят, в основном, плавящиеся инконгруэтно $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ и CaAl_4O_7 . Такая композитная структура обеспечивает не только повышенную трещиностойкость собственно волокон и пластин, но и композитов с хрупкой матрицей, в которую эти армирующие компоненты могут быть помещены. Развитые поверхности разрушения на изломах волокон и пластин (рис. 1б, рис. 2б), на которых траектории неровностей топологически соответствуют кальций содержащим включениям, подтверждают это.

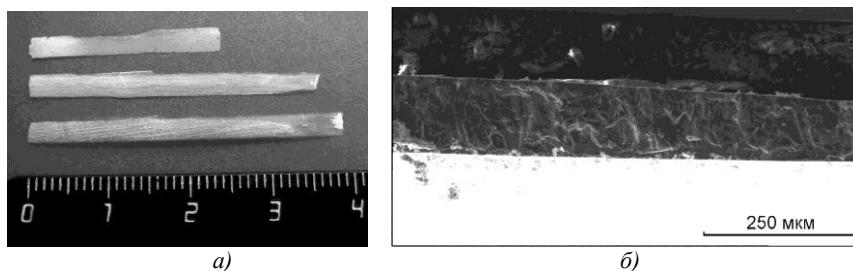


Рис. 2. а) общий вид пластин с исходным составом Al_2O_3 –8.4 вес.%CaO, кристаллизованных со скоростью вытягивания в холодную зону 50 мм/мин; б) поверхность излома пластины (светлые области – кальций содержащие; темные – оксид алюминия), – получено на СЭМ.

Будучи включенными в матрицу композитного материала, кальций содержащие включения, выходящие на поверхность волокон и пластин, будут служить тормозами трещин и рассеивать энергию за счет микроразрушений и скольжений с трением по слабым поверхностям.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 А).

1. Cinibulk, M.K. J. Eur. Ceram., 2000, 20, 569-582.
2. Aveston, J.; Cooper, G.A.; Kelly, A. Proceedings of the Conference the Properties of Fibre Composites, National Physical Laboratory, Teddington, UK, 4 Nov. 1971, 15-26.
3. Naslain, R.; Dugne, O.; Guette, A.; Sevely, J.; Robin-Brosse, C.; Rocher, J.P.; Cotteret, J. J. Am. Ceram. Soc., 1991, 74, 2482-2488.
4. С.Т. Милейко, В.И.Казьмин. Мех. композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

Структура и разрушение слоистого Mo-Si-B композита

В.М. Кийко, В.П. Коржов

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

В ряду современных конструкционных материалов, разрабатываемых на основе никеля, ниобия и молибдена, материалы на основе молибдена потенциально обладают наиболее высоким потолком рабочих температур. Значительный модуль упругости молибдена и его интерметаллидов предполагает высокую прочность и жесткость материалов, полученных на их основе. Кроме того, наличие в структуре композитного материала на основе молибдена и его интерметаллидов позволяет также снизить плотность такого композита по сравнению с плотностью собственно молибдена за счет относительно низкой плотности боридов и силицидов молибдена. Высокие температуры плавления, прочность при высоких температурах и сопротивление ползучести указанных соединений, а также возможность организации повышенного сопротивления окислению, как, например, Mo-Si-B сплавов [1], открывают реальную перспективу получения жаропрочных материалов на их основе.

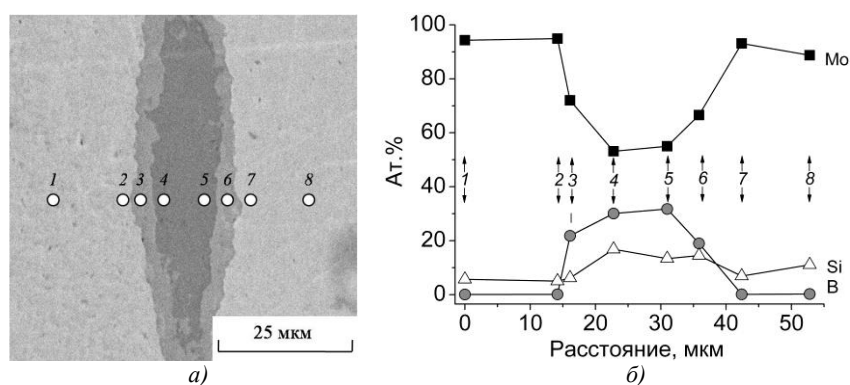


Рис. 1. Сечение, перпендикулярное плоскости слоев композита, – участок структуры: а) 1–8 – номера зон проведения микроанализа; б) концентрационные зависимости Mo, Si, B по указанным зонам. Светлые области – твердые растворы на основе молибдена, темные области – интерметаллиды различного состава.

Проблема трещиностойкости композита, содержащего хрупкие интерметаллиды, решается за счет организации слоистой структуры, в которой чередование слоев хрупких интерметаллидов с относительно пластичными

слоями твердых растворов бора и кремния в молибдене с необходимыми характеристиками границ раздела между фазами способно обеспечить приемлемые для конструкционного материала значения трещиностойкости.

Композиты изготавливались из пакетов молибденовых фольг, покрытых суспензией, содержащей смесь порошков кремния и бора. Диффузионная сварка пакетов проводилась в вакууме под давлением в режиме $1500^{\circ}\text{C} - 0.5\text{ч} - 10\text{ МПа}$ плюс $1500^{\circ}\text{C} - 0.5\text{ч} - 14\text{ МПа}$, что обеспечивало формирование структуры, показанной в качестве примера на рис. 1.

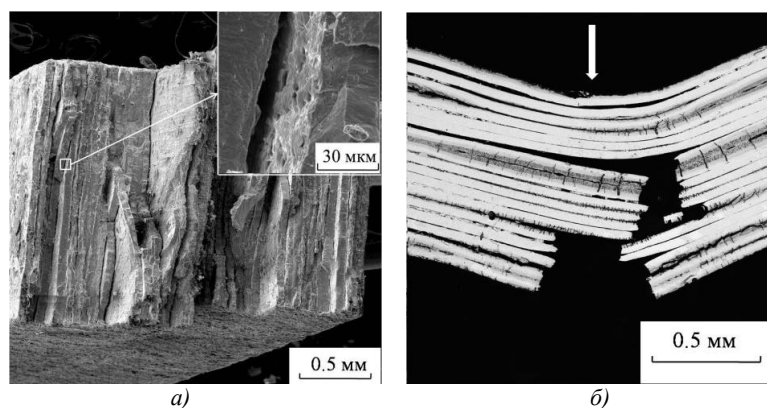


Рис. 2. Результаты испытаний образцов при приложении нагрузки перпендикулярно слоям структуры (показано стрелкой): а) поверхность разрушения, б) структура композита после разрушения в сечении, перпендикулярном слоям (светлые слои – твердые растворы бора и кремния в молибдене, темные – интерметаллиды).

Результаты механических испытаний образцов показывают нехрупкий характер разрушения. Это проявляется в нелинейной зависимости нагрузка – деформация, развитой поверхности разрушения (рис. 2а) и сложном процессе разрушения, включающем различные виды микроразрушений: пластическую деформацию слоев твердых растворов, дробление интерметаллидных слоев, расслоения и сдвиги по границам раздела фаз (рис. 2б). Измеренные значения прочности при изгибе составили $620 \pm 130\text{ МПа}$, критического коэффициента интенсивности напряжений $14 \pm 2.3\text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, эффективной поверхностной энергии $\sim 10 \times 10^3\text{ Дж/м}^2$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 17-03-00687 А и № 17-08-01739 А).

Измерение спектра изгибных фононов свободного графена в области малых волновых векторов

Д.А. Кириленко

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, 194021, Политехническая ул. 26, Санкт-Петербург, Россия

Одним из ключевых аспектов физики графена является динамика тепловых колебаний в направлении перпендикулярном плоскости кристалла, так называемых изгибных фононов. Данные колебания в двумерной структуре достигают больших амплитуд, порядка межатомного расстояния, и в значительной мере определяют физические свойства графена. Например, изгибные фононы дают основной вклад в рекордно высокую теплопроводность графена [1]. Кроме того, подвижность носителей заряда при практически значимых температурах лимитируется именно рассеянием на изгибных фононах [2]. Стоит отметить, что эффект изгибных фононов значителен в случае свободного графена, то есть не находящегося в тесном контакте с какой-либо подложкой, в то же время, именно свободный графен демонстрирует наиболее высокие характеристики существенные для приложений в области электроники [3].

Кроме практического значения исследование явления изгибных фононов графена представляет также фундаментальный интерес. Спектр изгибных фононов имеет сингулярность в нуле, которая в рамках гармонического приближения ($\propto q^{-4}$) приводит к невозможности существования двумерной формы графена. Однако, существенная нелинейность механики деформаций, возникающая при достаточно больших амплитудах, значительно ослабляет данную особенность, которая приводит в итоге лишь к значительной шероховатости поверхности свободного графена [4,5]. Расчётам поведения спектра изгибных фононов в окрестности нуля посвящено множество теоретических работ, в результатах которых нет единства в силу сложности данной задачи, особенно, в связи с необходимостью учёта различных механизмов, влияющих на динамику изгибных фононов. При этом имеется явный недостаток экспериментальных данных, позволяющих характеризовать особенности спектра изгибных фононов.

В данной работе представлены результаты измерения спектра изгибных фононов в широком диапазоне волновых векторов. Измерение основано на анализе картин электронной дифракции [6]. Особенностью применения электронной дифракции является то, что это позволяет измерять динамические деформации, связанные с тепловыми колебаниями. Используемая методика, тем не менее, имеет трудности при измерении спектральных амплитуд в области малых волновых векторов ($q < 1 \text{ nm}^{-1}$) в силу ограниченной

пространственной когерентности электронного пучка. С целью снижения влияния аппаратной функции прибора и расширения волнового диапазона измерения спектра изгибных фононов разработаны различные способы восстановления спектра. На **Рис. 1** приведены результаты измерений до и после восстановления спектра изгибных фононов, а также результаты численного моделирования процедуры измерения и восстановления, показывающие корректность данных методов вплоть до $q \approx 0.3-0.4 \text{ nm}^{-1}$.

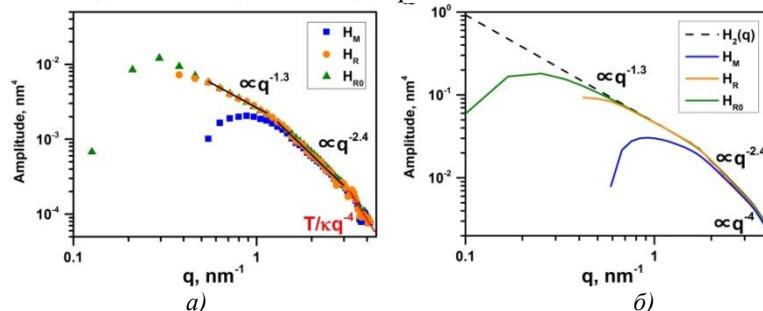


Рис. 1. Измерение спектра изгибных фононов свободного графена: а) результаты непосредственных измерений (H_M) и восстановленные спектры (H_R и H_{R0}); б) результаты моделирования, показывающие высокую точность восстановления профиля спектра в области малых волновых векторов.

В частности, экспериментальные результаты показывают, что зависимость спектра изгибных фононов в области малых волновых векторов существенно слабее, чем предсказывается моделированием механики графена. Сравнение экспериментальных результатов с серией результатов расчёта на основе различных модельных профилей спектра показывает, что особенность спектра изгибных фононов в окрестности нуля не сильнее $\approx q^{-2}$. Причиной данного несоответствия может являться необходимость учёта в теоретических моделях электрон-фононных взаимодействий.

Данная работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 16-32-60165). Исследования методом ПЭМ выполнены с использованием оборудования ФЦКП «Материаловедение и диагностика в передовых технологиях», поддержанного Минобрнауки России (id RFMEFI62117X0018).

1. L. Lindsay, D.A. Broido, N. Mingo, Phys. Rev. B, 2010, 82, 115427.
2. S. Das Sarma et al., Rev. Mod. Phys., 2011, 83, 407-470.
3. K. I. Bolotin et al., Solid State Commun., 2008, 146, 351.
4. A. Fasolino, J. H. Los, M. I. Katsnelson, Nature Materials, 2007, 6, 858-861.
5. D. A. Kirilenko, A. T. Dideykin, G. Van Tendeloo, Phys. Rev. B, 2011, 84, 235417.
6. D. A. Kirilenko and P. N. Brunkov, Ultramicroscopy, 2016, 165, 1-7.

Электронная микроскопия структур, формируемых в быстрозакаленных магнитных сплавах состава SmZrFeTi

В.Ю. Колосов, А. А. Юшков, С. В. Андреев, Н. В. Кудреватых,
Д. К. Кузнецов, Д. С. Незнахин
Уральский федеральный университет, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина 51

Магнитные материалы на основе железа с добавлением редкоземельных элементов (REM-Fe) ныне представляются более доступной альтернативой магнитам на основе неодима [1]. Кроме этого, сплавы REM-Fe обладают повышенной температурной стабильностью магнитных свойств.

Образец сплава состава Sm(0.8)Zr(0.2)Fe(11,0)Ti(1.0) был получен спиннингованием расплава на поверхность медного барабана при скорости движения 35 м/с. Исходно аморфный, по данным рентгенофазового анализа, образец подвергали вакуумному отжигу при температуре 800°C в течение одного часа. Для исследования в ПЭМ JEM-2100 была вырезана ламель со стороны полученной ленты, противоположной поверхности барабана (глубина ~1 мкм). Образец был утонен на 2-лучевом микроскопе Auriga Crossbeam с ускоряющим напряжением 30кВ и ионным травлением.

Образец сплава состава Sm(0.9)Zr(0.1)Fe(11,0)Ti(1.0) был приготовлен аналогичным образом. Температура отжига составляла 750°C. Ламель была вырезана со стороны ленты, соприкасавшейся с закалочным барабаном (глубина ~2,5 мкм).

ПЭМ исследования производились при ускоряющем напряжении 200кВ в режимах светлого и темного полей, дифракции, энергодисперсионного микроанализа, с увеличениями от x2000 до x400000. Установлено, что в образце Sm(0.8)Zr(0.2)Fe(11,0)Ti(1.0) формируется мелкокристаллическая матрица, а в ней контрастные монокристаллы большего размера, до 300 нм, **Рис. 1**, имеющие по данным EDX, близкий элементный состав. Также, после кристаллизации из рентгено-аморфного состояния, в образце формируется своеобразная микроструктура, характеризующаяся изгибными экстинкционными контурами [2] на ПЭМ изображениях, **Рис. 1в**. Их анализ выявил сильный внутренний изгиб кристаллической решетки, до 200 град/мкм, нередко наблюдаемый при кристаллизации аморфных плёнок различных материалов [3]. Образец Sm(0.9)Zr(0.1)Fe(11,0)Ti(1.0), **Рис. 2** по данным анализа ПЭМ изображений, обладает кристаллической структурой с размером зерен от десятков до сотен нм. Внутренний изгиб решетки охватывает области до 200 нм и достигает в них 150 град/мкм. По

результатам расшифровки кольцевых электронограмм, большинство ярких линий соответствует фазе ОЦК железа из карточек ASTM, **Рис. 3.**

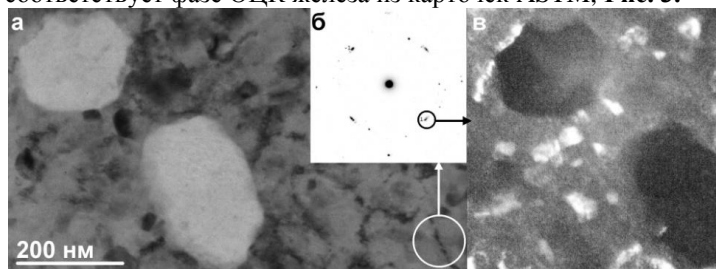


Рис. 1: а - микрофотография образца $\text{Sm}(0.8)\text{Zr}(0.2)\text{Fe}(11,0)\text{Ti}(1.0)$; б - электронограмма указанной области с выделенным рефлексом темнопольного снимка; в - темнопольный снимок в этом рефлексе.

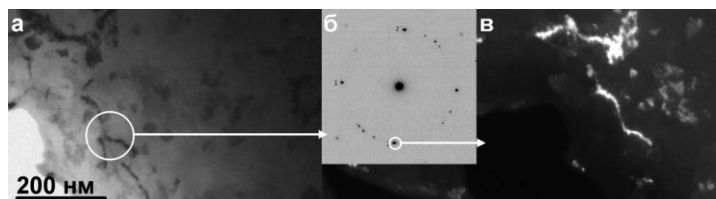


Рис. 2: а - микрофотография образца $\text{Sm}(0.9)\text{Zr}(0.1)\text{Fe}(11,0)\text{Ti}(1.0)$; б - электронограмма указанной области с выделенным рефлексом для темнопольного снимка; в - темнопольный снимок в этом рефлексе.

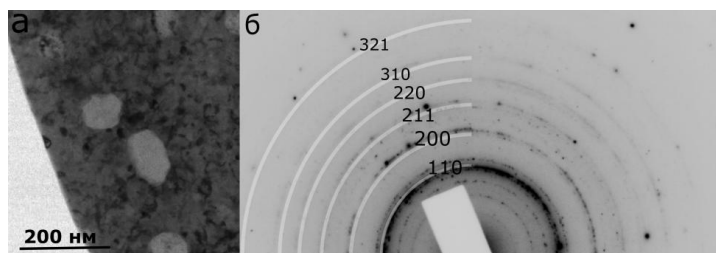


Рис. 3: а - участок образца $\text{Sm}(0.8)\text{Zr}(0.2)\text{Fe}(11,0)\text{Ti}(1.0)$; б - кольцевая электронограмма соответствующего участка с выделенными проиндексированными кольцами, соответствующими фазе ОЦК железа.

1. *K. Kobayashi, S. Suzuki et al.*, JMMM (2017), 426, 273-278
 2. *I. E. Bolotov, V. Yu. Kolosov*, Phys. Status Solidi (a) (1982), 69, N1, 85-96
 3. *V. Yu. Kolosov, A. R. Thölen*, Acta Mater. (2000), 48, 1829-1840
- Поддержано Минобрнауки (№3.6121.2017/8.9).

Особенности структуры слоистого композита на основе ниобия

В.П. Коржов, В.М. Кийко

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

Сплавы на основе ниобия представляют собой следующую за никелевыми сплавами ступень в лестнице продвижения разработок конструкционных материалов на основе металлов в область высоких температур. Получение слоистых композитов, имеющих в составе своей структуры сплавы, твердые растворы и интерметаллиды на основе ниобия, открывает возможность следующего шага в этом направлении. Сочетание в соответствующем образом организованной структуре твердых растворов ниобия и слоев интерметаллидов позволяет получить не только достаточно прочный, но и трещиностойкий в широком диапазоне температур слоистый композит.

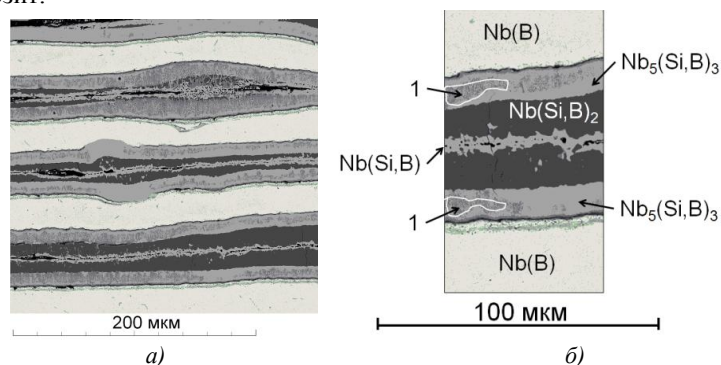


Рис. 1. Сечение, перпендикулярное плоскости слоев композита на основе Nb – Si–B, сформированного в режиме 1500°C – 1 ч – 14 МПа, – участки структуры с различным увеличением: а) светлые области – твердые растворы на основе ниобия, темные области – интерметаллиды различного состава; б) состав структуры единичного элемента структуры (участок слоя).

Структура слоистого композитного материала, представленного на рис. 1, формировалась твердофазным методом горячего прессования многослойного пакета фольг ниобия. Каждый лист фольги толщиной 60 мкм предварительно покрывался суспензией из смеси порошков кремния и бора в полиэтиленгликоле. Затем пакет прессовался в вакуумной печи, режим прессования указан в подписи к рис.1, а детали сформированной

структуры на соответствующих снимках. Результаты получены на шлифах на сканирующем электронном микроскопе с рентгеновским микроанализатором Tescan Vega II XMU INCA Energy 450 (СЭМ) с последующей идентификацией соединений по диаграммам состояния Nb–Si и Nb–В.

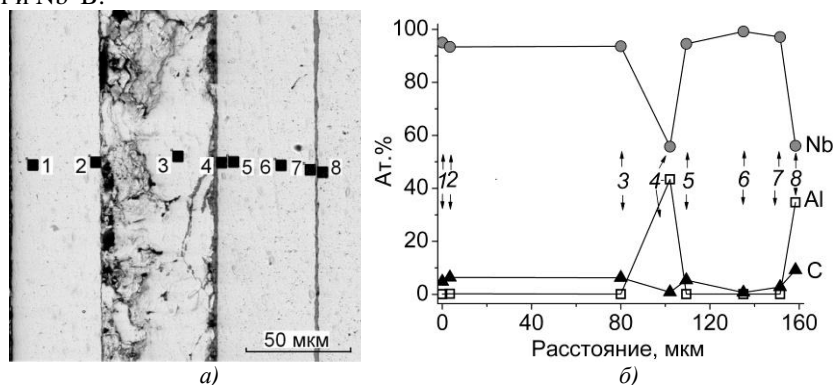


Рис. 2. Сечение, перпендикулярное плоскости слоев композита на основе исходных фольг Nb-0.1%С и Al, сформированного в режиме 580°C – 4 ч – 7 МПа плюс 900°C – 1.7 ч – 7 МПа, – участок структуры (СЭМ): а) 1–8 – номера зон проведения микроанализа; б) концентрационные зависимости Nb, Al, С по указанным зонам.

Структура, описанная выше, формировалась на основе технически чистого ниобия. Вовлечение же сплавов на основе ниобия в получение слоистых композитов, как ожидается, может дать более высокие характеристики разрабатываемых материалов. Однако, в процессе получения таких композитов при высоких температурах возможны различные эффекты, один из результатов начальных исследований представлен на рис. 2. Получение композита выполнялось методом, аналогичным описанному выше. Исходный пакет набирался из чередующихся листов фольги толщиной 50 мкм ниобиевого сплава Nb-0.1%С и листов фольги толщиной 20 мкм технически чистого Al. Первый этап режима горячего прессования (см. подпись под рис. 2) выбирался по предплавленной температуре алюминия с тем, чтобы обеспечить сохранение элементов пакета в твердой фазе и обеспечить образование интерметаллидов Nb-Al. Повышение нагрева должен обеспечить дальнейшую диффузию элементов и образование новых соединений.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 17-03-00687 А и № 17-08-01739 А).

Характеристики и особенности слоистой структуры жаропрочного композита на основе (Nb–Ti)-сплава

В.П. Коржов, В.М. Кийко, И.С. Желтякова

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Жаропрочные слоистые композиты (Nb–Ti)/(Si–C) исследовались с целью получения в них многослойной структуры из многокомпонентного вязко-пластичного сплава и упрочняющих металлических фаз с кремнием и углеродом. Слоистая структура из сплава и карбидо-силицидных металлических фаз формировалась в процессе диффузионной сварки (ДС) многослойных пакетов из Nb-фольг с суспензионными покрытиями порошковой смеси металлов и кремния. Углерод попадал из CO-атмосферы при сварке.

Состав покрытия: 49,1Ti–19,8Mo–12,4Si–12,1ZrH₂–3,8Cr–2,8 мас.%Al.

Сварка пакета проводилась за 2 этапа при 1400 °С, но разное время. На 1-м этапе – 30 мин, давление – 16,8 МПа. На 2-м этапе – 3 ч и 14 МПа.

1-й этап. В композита было много пор. Там же, где спекание покрытия имело место (рис. 1), выявлен набор фазовых составляющих, что свидетельствует о далеко не завершенном структурном состоянии композита.

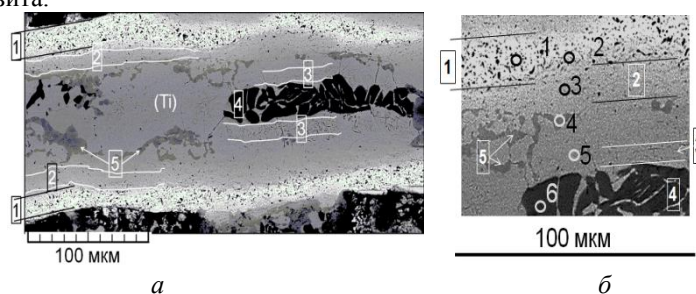


Рис. 1. Микроструктура спекшейся порошковой смеси после 1-го этапа ДС: (Ti) – твердый раствор на основе титана (а), 1–6 – номера спектров (б)

• Слои светлого фона 1, ассоциируемые с Nb-фольгами: 72.4 %Nb и 25.0 ат.%С. Это заэвтектическая область диаграммы состояний Nb–C с 2 видами дисперсных выделений: темного – карбид TiC и серого цвета – карбид Me₂(C,Si) ≡ (Nb_{1,06}Me_{0,94})_{2,00}(C_{0,97}Si_{0,03})_{1,00}, где Me – Ti, Cr, Al и Fe, в котором растворено ~27 %Ti и ~0.9 ат.%Si.

- 2-фазные слои 2, контролируемые спектром 3 (43.2 %Ti, 28.9 %Nb и 19.6 ат.%C), состоят из матричной фазы (Nb–Ti)-сплава и карбида MeC, где Me – Ti, Nb и другие элементы.

- Консолидированные выделения темного цвета (спектр 6): карбид титана $TiC = (Ti,Me)_{1,12}C_{0,88}$, где Me – Zr и Nb.

- Темно-серые включения 5 (спектр 4) с большой концентрация Si ~29 ат.‰: интерметаллид $A_5B_4 = (Ti,Me)_{4,99}(Si,C,Al)_{4,01}$.

- Области 3 (спектр 5) граничат с прерывистыми образованиями темного цвета и, поэтому, не являются непрерывными. Основообразующий элемент – опять титан с ~53 ат.‰. Вероятней всего эта структурная составляющая имеет эвтектическую структуру с матричной фазой твердого раствора на основе титана и карбидо-силицидом $Me(Si,C)$ также на Ti-основе – $(Ti,Me)_{1,15}(Si,C)_{0,85} = (Ti_{0,76}Me_{0,39})_{1,15}(Si_{0,58}C_{0,27})_{0,85}$.

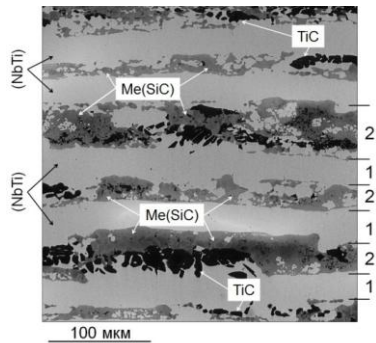


Рис. 2. Микроструктура композита после 2-го этапа ДС при 1400 °С: 1 – эвтектика (Nb) + Me₂C; 2 – TiC + Me(Si,C)

2-й этап ДС. В отличие от 1-го этапа структур композита для 1400 °С (рис. 2), представляется завершенной и характеризуется отсутствием пористости в слоях 2, наблюдавшейся после 1-го этапа, и тем, что слои 1-(NbTi), наследующие Nb-фольги свободны от TiC и карбидо-силицида Me₂(C,Si).

Сформировалась явно выраженная слоистая структура из чередующихся слоев 1-(NbTi) и слоев 2, образовавшихся вместо порошкового покрытия. Если после 1-й сварки на месте покрытия в местах, где имело место спекание, наблюдалось минимум 4 структурных составляющих, то теперь это слой из двух фаз: $Me(SiC) = (Ti_{0,56}Me_{0,49})_{1,05}(Si_{0,51}C_{0,47})_{0,95}$, где Me – Zr, Nb, Al, Mo и Cr, и $TiC = (Ti,Me)_{1,05}C_{0,95}$, занимающие соответственно 15 и 16% площади поперечного сечения композита. Также отметим, что упрочняющие фазы Me(Si,C) и TiC, присутствующие в структуре композита после обеих этапов ДС, после ее 2-го этапа стали ближе к их стехиометрическим составам. Сравним: $(Ti,Me)_{1,15}(Si_{0,58}C_{0,27})_{0,85}$ и $(Ti,Me)_{1,05}(Si_{0,51}C_{0,47})_{0,95}$; $(Ti,Me)_{1,12}C_{0,88}$ и $(Ti,Me)_{1,05}C_{0,95}$.

Работа поддерживается Российским фондом фундаментальных исследований. Проект 17-03-00687А.

Деградация гетероструктур на основе соединений A2B6 при облучении электронным пучком средних энергий

В.А. Кравец, Е.В. Иванова, М.А. Яговкина, А.А. Ситникова, И.В. Седова, М.В. Заморянская

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26

На сегодняшний день полупроводниковые лазерные структуры, излучающие в зелено-синем спектральном диапазоне, на основе соединений A2B6 перспективны во многих областях науки и техники – телевидение, освещение, оптоэлектроника, лазерные навигационные системы, качественная цветная печать, оптоволоконные системы связи.

Возбуждение излучения электронным пучком наиболее оптимально для лазерных структур на основе соединений A2B6. Главным недостатком данных лазерных структур является малый срок службы в связи с деградационными процессами, что мешает их масштабному коммерческому использованию. Деградация проявляется в ухудшение проводимости используемых структур, уменьшении квантового выхода люминесценции структуры, увеличении порогового тока накачки. Причиной деградации структур на основе A2B6 является низкая энергия активации, образования и развития протяженных и точечных дефектов. Сформировавшиеся дефекты в материале при облучении электронным пучком приводят к безызлучательной рекомбинации, захвату и локализации носителей, что делает лазерную структуру не эффективной [1].

Для исследования медленной деградации лазерных гетероструктур методы локальной катодолуминесценции (КЛ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) являются наиболее информативными. При больших плотностях тока данные методы позволяют наблюдать за процессом деградации гетероструктур и их люминесцентных свойств непосредственно во время облучения. Поскольку в процессе облучения образцы нагреваются, был оценен нагрев образцов в программном пакете COMSOL, для определения влияния температуры на процесс деградации. В работе были исследованы структуры, выращенные методом молекулярно-пучковой эпитаксии, различного состава: ZnSe, ZnCdSe (пленки толщиной около микрона) и структуры ZnSe/ZnMgSSe с квантовой ямой ZnCdSe. Сделаны выводы о составе и кристаллической структуре образцов до и

после деградации электронным пучком. Было оценено изменение содержания протяженных и точечных дефектов. Оценка изменения концентрации точечных дефектов производилась на основе КЛ-методики предложенной в [2]. Было обнаружено, что под воздействием электронного пучка происходит образование пор, преципитатов ZnO, а также отжиг дефектов.

[1] Ю. Ю. Логинов, Пол Д. Браун, Кен Дьюроуз. Закономерности образования структурных дефектов в полупроводниках A₂B₆, Москва (2003).

[2] M.V. Zamoryanskaya. Solid State Phenom. 156–158, 487 (2010).

Состав и структура слоев GaMnAs, выращенных методом импульсного лазерного осаждения

Д.Е. Николитчев¹, Р.Н. Крюков¹, Ю.В. Усов¹, Д.А. Павлов¹, М.В. Дорохин²,
Б.Н. Звонков², С.Ю. Зубков¹

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

² Научно-исследовательский физико-технический институт Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

Несмотря на значительный прогресс в увеличении рабочей температуры структур, содержащих слой разбавленного магнитного полупроводника (РМП) GaMnAs, до сих пор остаётся не изученным механизм фазовых превращений, происходящих в материале в процессе роста, в нормальных и рабочих условиях.

С целью решения этой проблемы методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) были исследованы образцы, представляющие собой спиновый светоизлучающий диод (ССИД). В процессе создания ССИД на подложке n-GaAs (001) методом МОС-гидридной эпитаксии при атмосферном давлении и температуре 650°C выращивался буферный слой, квантовая яма $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$ и спейсерный слой GaAs. Далее лазерным распылением мишени из металлического Mn и GaAs выращивался слой РМП GaMnAs [1].

Исследования образцов методом РФЭС проводились на комплексе Multiprobe RM (Omicron Nanotechnology GmbH, Германия). Для возбуждения фотоэмиссии использовалось Mg K_α или Al K_α -излучение. Диаметр области анализа составлял 3 мм. Проводился послойный анализ структур распылением слоев ионами Ar^+ с энергией 1 кэВ.

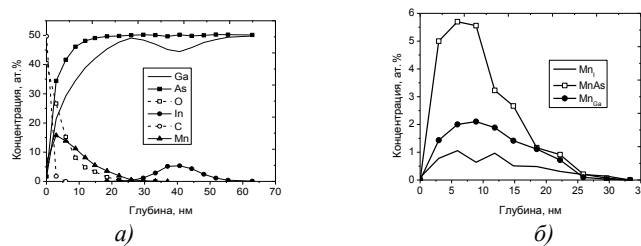


Рис. 1. Профили распределения по глубине в исследуемых образцах: а) общей концентрации химических элементов и б) химических соединений марганца

На рис. 1а наблюдается размытие профиля содержания элементов, что связано с шероховатостью поверхности образца. Хранение структуры в нормальных условиях привело к дополнительному окислению слоя РМП за счёт диффузии кислорода вглубь образца.

Наибольший интерес в системах РМП на основе GaMnAs представляют химические состояния марганца (рис. 2б), т.к. эти соединения обуславливают ферромагнетизм слоев РМП. Большая часть Mn оказалась окисленной: в слое присутствуют атомы марганца с +2, +3 и +4 валентностью. Помимо этого, в слоях GaMnAs детектируется присутствие междоузельного Mn_I и замещающего марганца Mn_{Ga} . При этом преимущественно марганец находится в соединении MnAs.

Исследования с помощью ПЭМ проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEM- 2100F.

Фурье преобразование отдельных участков ВРПЭМ-снимков показало наличие включений MnAs со структурным типом F-43m (рис.2). Обычно при комнатной температуре MnAs имеет структуру сфалерита [2], и обнаруженная структура вюрцита говорит о влиянии спейсера GaAs на процесс роста слоя РМП.

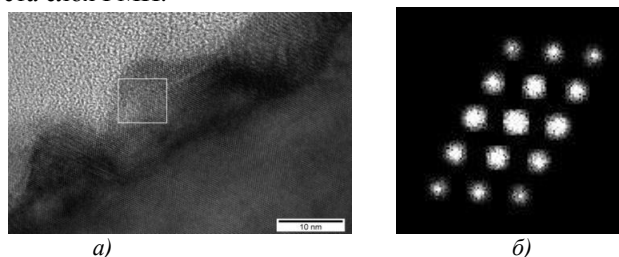


Рис. 2. а) ПЭМ-изображение поперечного среза структуры и б) Фурье-образ от участка, выделенного на ПЭМ-изображении

Гексагональная структура MnAs ($P6_3/mmc$) также присутствует на электронограммах. Параметры решетки кристаллического MnAs, относящегося к различным структурным типам, варьируется в зависимости от величины упругих напряжений.

1. *B.N. Zvonkov, O.V. Vikhrova, Yu.A. Danilov, E.S. Demidov, P.B. Demina, M.V. Dorokhin, Yu.N. Drozdov, V.V. Podol'skii, and M.V. Sapozhnikov. J. Opt. Technol., 2008, 75, 389-393.*
2. *M. Tanaka, J.P. Harbison, M.C. Park, T. Shin, G.M. Rothberg. J. Appl. Phys., 1994, 76, 6278.*

Применение методов электронной микроскопии для решения технологических задач при получении порошков сложных оксидов со структурой граната

Д.Е. Кузнецова^{1,2}, Г.А. Досовицкий^{1,2}, П.А. Волков^{1,2}, М.В. Коржик^{2,3}, А.Е. Досовицкий⁴, Т.И. Бобкова⁵, М.С. Михайлов⁵

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

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

³ Институт ядерных проблем БГУ, г. Минск, Беларусь

⁴ ЗАО «НеоХим», г. Москва

⁵ НИЦ "Курчатовский институт"-ЦНИИ КМ "Прометей"

Соединения со структурой граната, содержащие в составе редкоземельные элементы (РЗЭ), как в виде порошков, так и высокоплотных керамик могут рассматриваться как люминофоры для систем освещения на основе светоизлучающих диодов (СИД) – например, алюмоиттриевый гранат, легированный церием ($Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$), и как материалы для сцинтилляционных детекторов – например, соединения с общей формулой $(Gd,Y)_3(Ga,Al)_5O_{12}:Ce^{3+}$.

Микроструктура порошков на основе сложных оксидов со структурой граната может оказывать существенное влияние на оптические и люминесцентные свойства самих порошков и получаемых на их основе материалов, а также плотность получаемых из них керамических материалов.

В данной работе получали порошки $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$ методом совместного осаждения из азотнокислых растворов, используя в качестве осадителей NH_4OH и NH_4HCO_3 . Параметры каждой из стадий синтеза могут оказывать влияние на ключевые характеристики порошка: размер и форму первичных частиц, их прозрачность, размер и пористость агрегатов и зерен, формирующихся при термообработке; влияние части этих факторов было исследовано нами в работах [1,2].

Полученные осадки, а затем порошки, после термообработки исследовали методами оптической, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, а также лазерной дифракции и рентгеновской дифракции. Комбинированное применение данных методов анализа позволяет осуществлять контроль ключевых параметров при получении порошков. В данной работе приводятся результаты подробного исследования изменения микроструктуры в зависимости от типа осадителя, температуры термообработки (Рис. 1), концентрации исходных растворов,

типа перемешивания в процессе синтеза, условий сушки и других технологических параметров.

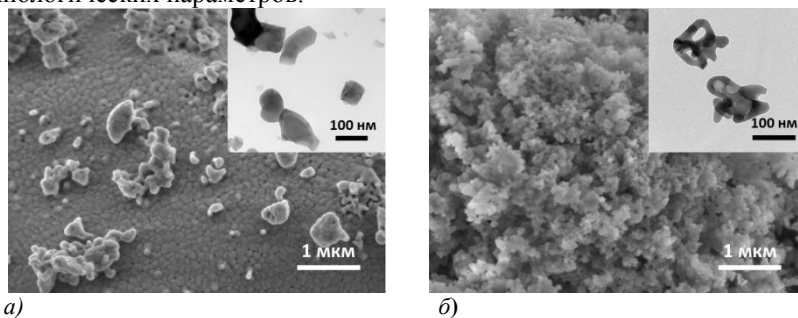


Рис. 1. Изображения СЭМ (JEOL JSM 7100 F) и ПЭМ (FEI Tecnai G2 30 S-TWIN) (на вставках) порошков граната состава $Y_{2,97}Ce_{0,03}Al_5O_{12}$, полученных с разными осадителями: а) с NH_4OH (термообработка при $1200^\circ C$) и б) с NH_4HCO_3 (термообработка при $1000^\circ C$).

1. D.E. Kuznetsova, G.A. Dosovitskiy, A.E. Dosovitskiy Transparency and microstructure of YAG:Ce phosphor particles // Optical Materials. Volume 66. April 2017. Pages 547–551

2. Г.А. Досовицкий, Д.Е. Кузнецова, П.А. Волков, К.С. Напольский, И.В. Росляков, Ю.А. Великодний, С.Н. Мудрецова, К.Б. Богатов, А.Л. Михлин, А.Е. Досовицкий Наноструктурированный порошок $Y_3Al_5O_{12}:Ce$, полученный соосаждением // Научно-технические ведомости СПбГПУ. 2013. №3. С. 48-52

Анализ структуры дефектов слоев высокотемпературных сверхпроводящих лент 2-го поколения

А.В. Кузьмин¹, А.Ю. Рашковский¹, А.А. Каменев²

¹ ООО «Системы для микроскопии и анализа», 121353, г. Москва, Сколковское ш. 45, Россия

² ЗАО «СуперОкс», 117246, г. Москва, Научный проезд 20, Технопарк «Слава», Россия

Высокотемпературный сверхпроводник (ВТСП) 2-го поколения представляют собой ленту, состоящую из буферных слоев на основе оксидов металлов, эпитаксиального слоя ВТСП и защитных слоев серебра и меди.

В процессе изготовления ВТСП лент могут образовываться различные дефекты – крупные и мелкие поры, микро и наноразмерные включения, которые влияют на физические свойства. Например, крупные поры в слое серебра могут привести к повреждению слоя ВТСП во время электролитического осаждения меди, а крупные поры либо включения в слое ВТСП могут привести к снижению величины критического тока за счёт формирования напряжений в кристаллической решетке. Аналитические методы контроля поверхности такие как сканирующая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, а также непосредственные измерения сверхпроводящих характеристик не дают полной информации о структуре большого количества слоев ВТСП ленты.

Основной задачей работы была разработка подхода к локализации и определению характера дефектов в отдельных функциональных слоях, а также анализ влияния формирования дефектов на последующие стадии процесса изготовления ВТСП лент с целью последовательного контроля процесса изготовления каждого из функциональных слоев ленты.

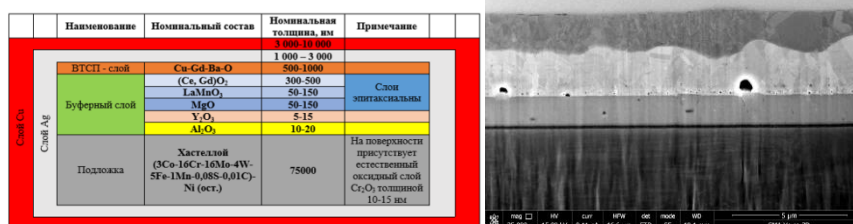


Рис. 1. Дефекты строения ВТСП-лент в медно-серебряной оболочке. ФИП/РЭМ.

Образцы для исследований были отобраны на различных стадиях производства ленты, начиная со стадии нанесения буферных эпитаксиальных слоев заканчивая гальваническим осаждением стабилизирующего защитного слоя меди.

Исследование многослойных тонкопленочных ВТСП-лент проводили методом растровой электронно-ионной микроскопии высокого разрешения (ФИП/РЭМ). Данный метод позволяет изготавливать и исследовать поперечные сечения глубиной до нескольких десятков микрон и визуализировать в полученном сечении все слои ВТСП-ленты, в том числе толщиной менее 10 нм.

На рисунке 2 представлены примеры микро- и наноразмерных дефектов на ионно-пучковых поперечных сечениях ВТСП-лент, локализованных с помощью микроскопа FEI Helios NanoLab 660.

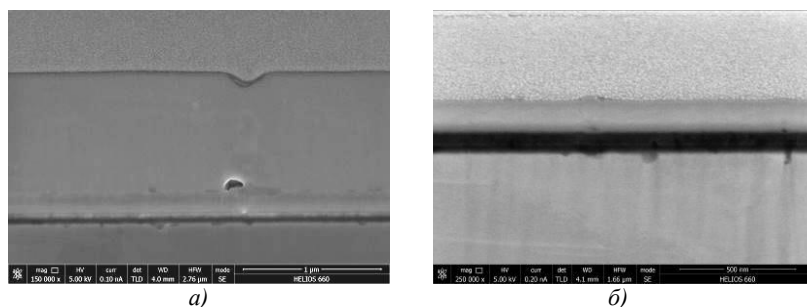


Рис. 2. Изображения СЭМ (FEI Helios NanoLab 660) поперечного сечения ВТСП ленты с дефектами строения, образованные: а) внутри и на поверхности ВТСП-слоя, наследуемые от наноразмерных неоднородностей; б) буферных слоях.

В результате проведенного анализа был разработан подход к контролю толщин слоев, наличию и размеру дефектов (поры, трещины, включения) в различных слоях ленты и на границах их раздела. Показан механизм формирования неоднородностей микроструктуры ВТСП-слоя и последующих защитных металлических слоев. Результаты исследования использованы для оптимизации технологических процессов производства наноструктурированных ВТСП-лент второго поколения.

Исследование ориентации зерен в сплаве циркония Э110 в условиях облучения и испытаний на ползучесть

Е.А. Кулешова^{1,2}, А.С. Фролов¹, Д.А. Мальцев¹, Л.В. Кутузов¹, Е.В. Алексеева¹, Д.В. Сафонов¹, И.В. Козлов¹, Н.В. Степанов^{1,2}

¹Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, г. Москва, Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, г. Москва, Россия

В настоящее время атомная промышленность развитых стран сталкивается с проблемой долгосрочной эксплуатации и последующей утилизации топливных элементов ЯР. Дальнейшее наращивание мощности ЯЭУ по всему миру в купе с отсутствием технологий переработки отработавшего ядерного топлива реакторов ВВЭР-1000 и РБМК-1000 требует увеличения числа хранилищ отработанного ядерного топлива, что существенно повышает эксплуатационные затраты и конечную стоимость ядерной энергии, делая ее менее конкурентоспособной. Возможность продления работы реакторов без внешнего вмешательства связана со множеством факторов, в том числе со стабильной и безопасной работой его топливных элементов. В этом случае внимание необходимо уделять не только самому топливу, но и материалам оболочек твэлов. В качестве оболочек твэлов используется сплав Э110 (Zr-1%Nb). В настоящее время в России распространена технология получения электролитического циркония, однако в будущем планируется переход на технологию изготовления оболочек твэлов из губчатого циркония, применяемую в других странах. От стабильности фазового состава и свойств конкретного сплава Э110 зависит герметичность твэлов в процессе эксплуатации, а также в процессе длительного хранения. Все эти факторы делают работы по исследованию сплавов циркония актуальными и востребованными для атомной промышленности нашей страны.

В работе для исследования циркониевых образцов оболочек твэлов в исходном состоянии и после облучения в составе реактора ВВЭР-1000 до различных флюенсов, соответствующих выгоранию до ~44 МВт*сут/кгU широко применялись методы просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ).

Для возможности отслеживания изменений, протекающих в сплаве Э110 под воздействием рабочих факторов в реакторе ВВЭР-1000 проводилось исследование исходного необлученного состояния и необлученного состояния после испытаний на ползучесть, а также установление фазового состава, соотношения фаз и их морфологии. Установлены следующие фазы, уже известные по литературным данным: глобулярная фаза бета-ниобия, фаза Zr-Nb, фаза Лавеса $Zr(Nb,Fe,Cr)_2$, а также гидридов циркония ZrH.

Дальнейшие исследования показали, что под облучением в составе реактора по мере роста флюенса быстрых нейтронов наблюдается увеличение среднего размера глобулярных выделений β -Nb при одновременном снижении плотности и содержания в них ниобия. Размер и плотность фаз Лавеса в процессе облучения практически не изменяется, однако вокруг каждого выделения данного типа при достижении определенного флюенса наблюдается образование поверхностного слоя, обедненного хромом и железом. Это приводит к обеднению ниобием твердого раствора на основе циркония. Последнее обстоятельство связано с тем фактом, что при достижении определённого флюенса происходит образование мелкодисперсных выделений фазы на основе Nb-Zr, которые образуют двумерные упорядоченные структуры в виде рядов преципитатов, располагающихся вдоль базовых плоскостей ГПУ-решетки матрицы. С ростом дозы облучения наблюдается трансформация их кристаллической решетки, а также увеличение среднего расстояния между рядами двумерной структуры.

Во всех образцах после реакторного облучения были обнаружены дислокационные петли $\langle a \rangle$ -типа с вектором Бюргерса $\frac{1}{3}a\langle 11\bar{2}0 \rangle$, залегающие в призматических плоскостях ГПУ-решетки циркония. Образование дислокационных структур с $\langle c \rangle$ -компонентой наблюдается эпизодически, и характерно для сравнительно больших выгораний топлива. Петли данного типа имеют вектор Бюргерса $\frac{1}{2}a\langle 000\bar{1} \rangle$ и располагаются в базовых плоскостях ГПУ-решетки циркония.

Текстурный анализ, проведенный с использованием метода дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD) показал, что с точки зрения текстурных параметров значительных отличий между образцами, облученными в исследованном интервале флюенсов, не наблюдается. Однако прослеживается некоторая корреляция в изменении текстурных параметров между необлученным состоянием после исследований на ползучесть и облученным в составе реактора ВВЭР-1000.

Работа выполнена в рамках гранта Президента РФ № МК-4420.2018.8

Применение методов ПЭМ при формировании сегментированных магнитных наноструктур

В.И. Кулинич, Е.И. Бубликов, В.В. Коломиец, Е.С. Лялько, И.А. Чертова

Южнороссийский государственный политехнический университет, г. Новочеркасск, Ростовская обл.

Современный научно-технический прогресс в значительной степени основан на переходе от микро- к наноразмерным технологиям. В частности, создание магнитных наноструктур позволяет реализовать уникальные свойства анизотропии монодоменных состояний. Практический интерес при этом представляют композиционные материалы из ансамблей магнитных нанопроволок, ориентированных в немагнитных матрицах. Для этих целей в настоящей работе использовались нитевидные порошки железа и его сплавов с никелем, хромом и цинком, полученные электрокристаллизацией в многокомпонентных системах, содержащих поверхностно-активные вещества. (ПАВ) [1]. В зависимости от концентрации ПАВ изменяются скорости роста в продольном и радиальном направлениях, поэтому средняя длина отдельных наночастиц может достигать от 0,1 до 500 мкм, а диаметр поперечного сечения варьируются в диапазоне 10-100 нм. На основании результатов дифракционной электронной микроскопии установлено, что геометрическая анизотропия формы отдельных частиц устойчиво сохраняется в процессе электроосаждения сплавов железа с содержанием никеля до 30%, хрома до 15%, цинка до 20%. При этом реализуется ОЦК решетка фазы альфа-железа, а нанонити характеризуются моноблочным строением и послойным заполнением (3-5 нм) плоскостей роста в направлениях [110] и [111] для монокристаллов и поликристаллов соответственно. Субзерна поликристаллов имеют размер диаметра нити, а у монокристаллов на порядок выше.

Данные, полученные методами мессбауэровской спектроскопии, показывают, что последовательность субзерен образует квазимонодоменную структуру по длине нити, в которой междоменные границы совпадают с малоугловыми, межблочными границами. Каждый домен локализуется на субзерне, а оси анизотропии формы и спонтанного намагничивания не совпадают. Размеры субзерен поликристаллов порядка диаметра нити. Для монокристаллов они вытянуты в направлении оси роста и отношение длины к диаметру изменяется в интервале 8-10.

Для создания композита осуществлялось разделение нанопроволок на отдельные моноблоки, которые затем ориентировались магнитным полем в заданном направлении каждого слоя полимерной пленки [2]. Это позволяет использовать размерные эффекты при реализации квазимонодоменного или суперпарамагнитного состояния в соответствующем слое, одновременно изменяя состав сплава, чередуя последовательность слоев сплавов железа с различными магнитными свойствами, и формировать многослойную пленку (сэндвич) для защиты электронных устройств от электромагнитного воздействия.

Исследования показывают, что для улучшения поглощения слои должны отличаться не только ориентацией частиц, но и их концентрацией и составом. Оптимальная концентрация исключает взаимодействие частиц в матрице, при которой происходит взаимное размагничивание ансамбля и уменьшения коэрцитивной силы.

1. Бубликов Е.И., Коломиец В.В., Кулинич В.И., Лялько Е.С., Найден В.В., Чертова И.А. Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Серия: Технические науки. 2016. № 2 (190). С. 102-106.

2. Кулинич В.И., Бубликов Е.И., Найден В.И., Кулинич Е.В. Заводская лаборатория, т. 68, №9, 2002, с. 48.

Наноконтролиты внедрения в ОСУНТ на основе ионных проводников

А.С. Кумсков^{1,2}, Р.М. Закалюкин^{1,3}, Е.А. Левкевич³, А.С. Орехов^{1,2}

1 ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва

2 Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва

3 Московский технологический университет, «МИТХТ», Москва

Заполненные одностенные углеродные нанотрубки (ОСУНТ) позволяют раскрыть фундаментальные особенности строения вещества в наномасштабе. Полученные наноконтролиты внедрения имеют ряд структурных и физических отличий не только от исходных соединений, но и наночастиц на их основе. Обычно диаметры каналов ОСУНТ находятся в интервале 0,6÷2,5 нм, что задает ограничение на формирование трехмерной структуры кристалла внедренного вещества в канале трубки. В некоторых случаях внедренное вещество формирует упорядоченную структуру с периодичностью вдоль канала трубки. Фактически формируется квазиодномерный кристалл с трансляцией только в направлении, совпадающем с осью канала углеродной нанотрубки.

Внедренный в канал ОСУНТ кристалл меняет свойства углеродной нанотрубки. В настоящий момент существует идея получить выпрямляющий переход непосредственно на углеродной нанотрубке, для этого нужно состыковать трубки с разным типом проводимости - синтезировать трубку, в которой будет такой дефект, или создать такой дефект механической стыковкой или изломом трудноосуществимо и не факт, что при этом получится переход металл-полупроводник. Получение таких непрерывных кристаллических объектов возможно при кристаллизации эвтектических систем. В эвтектических системах исходно гомогенный расплав в процессе кристаллизации распадается на две или более кристаллических фазы с разным составом и в некоторых случаях разной электронной структурой. В системе PbF_2-SnF_2 существует единственная эвтектика. Соединение $PbSnF_4$ имеет искаженную флюоритовую структуру и является самым лучшим фторионным проводником. Соединение SnF_2 формируется на искаженной двухслойной упаковке катионов олова и имеет очень слабую фторионную проводимость.

Нами впервые получен наноконтролит $PbSnF_4@ОСУНТ$. Он интересен тем, что углеродная нанотрубка обладает баллистическим типом проводимости, а в ее канале располагается ионный проводник с самой лучшей проводимостью по фтору (удельная электрическая проводимость

PbSnF_4 достигает 0,3 См/м уже при комнатной температуре [1]). Для заполнения использовали состав 10 мол.% PbF_2 и 90 мол.% SnF_2 , что соответствует самой легкоплавкой эвтектике в системе PbF_2 - SnF_2 . Это связано с тем, что соединение PbSnF_4 инконгруэнтно. В данной эвтектике кристаллизуются два соединения: PbSnF_4 и SnF_2 . Ранее нами был исследован нанокompозит SnF_2 @ОСНТ [2-3], что позволит по сравнению с предыдущими результатами идентифицировать в канале нанотрубки фрагменты кристаллов, принадлежащие SnF_2 .

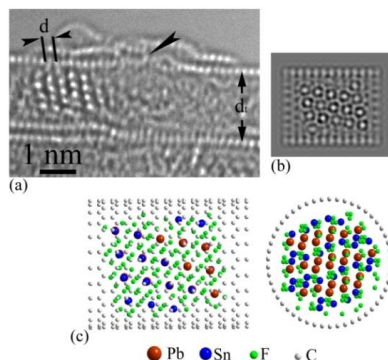


Рис. 1. 1D PbSnF_4 @ОСУНТ. а) ВРЭМ-изображение б) Компьютерное моделирование ($\Delta f = +2$ nm). в) Атомная модель моноклинной структуры α - PbSnF_4 P2/n.

Нами подтверждено формирование нанокompозитов SnF_2 @ОСУНТ и PbSnF_4 @ОСУНТ, определена их атомная структура и частично измерены физические характеристики. Две эти структуры имеют большие различия на ЭМ-изображениях, а катионы свинца практически не растворяются в структуре SnF_2 .

1. Сорокин Н.И., Федоров П.П., Никольская О.К. и др. Электрофизические свойства фторпроводящих материалов на основе PbSnF_4 , полученных различными методами. // Неорганические материалы. 2001, Т.37. № 11. С.1378-1382.

2. Закалюкин Р.М., Демьянец Л.Н., Киселев Н.А. и др. Одномерные монокристаллы SnF_2 во внутренних каналах однослойных углеродных нанотрубок. I. Получение и первичная характеристика. // Кристаллография. 2010, Т.55. № 3. С. 530-535.

3. Закалюкин Р.М., Демьянец Л.Н., Киселев Н.А. Одномерные монокристаллы SnF_2 во внутренних каналах однослойных углеродных нанотрубок. II. Структура и моделирование строения нанокompозита. // Кристаллография. 2010, Т.55. № 3. С. 536-542.36.

Электронно-микроскопическое исследование структуры и субструктуры оксидированных пленок Pd-Ru

С.Б. Кушев¹, С.В. Рябцев², С.А. Солдатенко¹, А.А. Синельников²

¹ Воронежский государственный технический университет, 394026, Воронеж, Россия

² Воронежский государственный университет, 394018, Воронеж, Россия

Исходные металлические пленки толщиной около 50 нм получали методом магнетронного распыления спеченной мишени твердого раствора Pd - 7 ат.% Ru и конденсацией при температуре подложки 300 К. Оксидирование металлических пленок осуществляли методом термического отжига (ТО) в атмосфере сухого кислорода ($p = 105$ Па) при температурах 570, 770, 870, 1070 К в течение 1 ч.

Фазовый состав, структуру и субструктуру пленок проводили методами ПЭМ, ДБЭ и ДБЭО на электронных микроскопах CarlZeissLibra 120, ЭМВ-100БР и электронографе ЭГ-100.

На рис.1 представлены картина микродифракции (а), светлопольное (б) и темнопольное (в) ПЭМ-изображения исходной металлической пленки.

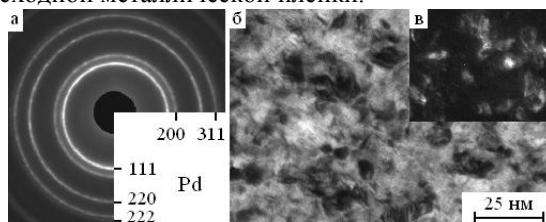


Рис. 1. Картина микродифракции (а), светлопольное (б) и темнопольное (в) ПЭМ-изображения исходной пленки состава Pd (7%Ru).

Пленки состоят из одной фазы, имеющей ГЦК решетку ($a = 0,389$ нм), соответствующую чистому Pd.

Твердые растворы Pd-Ru формируются по типу замещения и образуют ГЦК кристаллическую решетку с параметром решетки, уменьшающимся с увеличением содержания Ru от 0,389 нм для чистого Pd до 0,387 нм при 10 ат.% Ru. Для твердого раствора Pd-7 ат.% Ru ожидаемое значение параметра решетки составляет 0,388 нм. Отклонение параметра решетки твердого раствора в сторону увеличения может быть связано с присутствием в его решетке примеси водорода, который не может быть обнаружен методом ОЭС.

Исходная пленка имеет блочную нанокристаллическую структуру с размерами блоков до 30 нм. Размеры субзерен составляли 0,6 - 5 нм.

Термический отжиг исходных пленок в атмосфере кислорода приводил к образованию оксидов Pd и Ru. На рис. 2 приведены фрагменты электронограмм и микрофотографии, характеризующие фазовый состав и структуру пленок, прошедших термический отжиг в атмосфере кислорода.

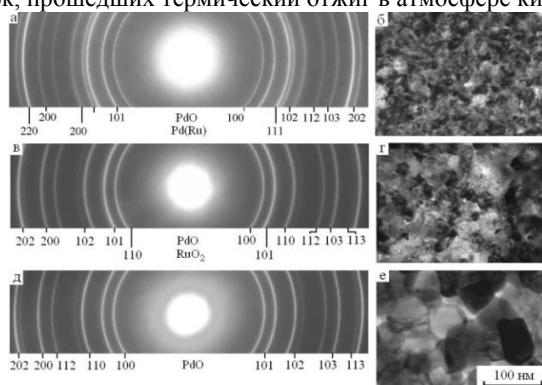


Рис. 2. Фрагменты электронограмм и ПЭМ изображения пленок Pd-7%Ru, прошедших ТО в среде кислорода при температурах 770 (а, б), 870 (в, г), 1070 К (д,е)

После ТО при температурах 570 К пленки помимо твердого раствора Pd-7 ат.% Ru содержали фазу PdO. Средний размер зерен каждой из фаз составлял 8 нм. Увеличение температуры отжига до 770 К приводило к формированию еще одной оксидной фазы - RuO₂. При отжиге пленок при 870°K происходило полное оксидирование исходных пленок с образованием двух оксидных фаз PdO и RuO₂. Дальнейшее увеличение T_{отж} до 1070 К приводило к образованию однофазных поликристаллических пленок PdO со средним размером зерен 50 нм. При этом наблюдается изменение параметров решетки фазы PdO, что вероятно связано с растворением RuO₂ в PdO так как система PdO - RuO₂ характеризуется непрерывной взаимной растворимостью.

Установлено, что при термическом оксидировании пленок твердого раствора Pd-7 ат.% Ru с увеличением температуры происходит изменение фазового состава в следующей последовательности: твердый раствор Pd-7 ат.% Ru → Pd-7 ат.% Ru + PdO + RuO₂ → PdO + RuO₂ → твердый раствор PdO-RuO₂. Увеличение температуры отжига приводит к изменению параметров решетки PdO, обусловленное растворением фазы RuO₂. Показано, что полное оксидирование пленок системы Pd-7 ат.% Ru происходит при более высокой температуре по сравнению с пленками чистого палладия. Разность температур составляет 100 К.

Структурные особенности кристаллов гидросульфат-фосфатов цезия и их влияние на физические свойства

И.П. Макарова¹, Е.В. Селезнева¹, В.А. Коморников¹, А.Л. Васильев²

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

² Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

Кристаллы-суперпротоники являются представителями обширного класса соединений с водородными связями. Выделение в кристаллической структуре водородных связей как особого типа и уделяемое им внимание связаны с влиянием, которое они оказывают на свойства материалов самого широкого спектра, от неорганических до биоорганических. Возрастание исследовательской активности в этой области обусловлено и совершенствованием оборудования и методик, и увеличением числа водородсодержащих материалов и процессов, в которых водородные связи играют значительную роль. Знание структурных механизмов необходимо для создания новых функциональных материалов или модификации веществ.

Характерной особенностью кристаллов - суперпротоников $M_mH_n(AO_4)_{(m+n)/2} \cdot yH_2O$ ($M = K, Rb, Cs, NH_4$; $AO_4 = SO_4, SeO_4, HPO_4, HAsO_4$) является взаимосвязь между изменениями системы водородных связей и физико-химическими свойствами. Суперпротонная проводимость этих соединений связана с особенностями их структуры и не зависит от легирующих добавок или дефектов реальной структуры. Имеющиеся данные 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 [1], диффузия воды, формирование частично разупорядоченной системы водородных связей, формирование каналов для движения ионов M [2, 3], образование многофазного состояния [4, 5], статистическое замещение в катионной подрешетке [6, 7].

Проведены исследования кристаллов $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$, $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ [4,5] и $Cs_6H(HSO_4)_3(H_2PO_4)_4$ [4,6], выращенных в системе CsH_2PO_4 – $CsHSO_4$ – H_2O , взаимодополняющими структурными методами с использованием рентгеновского, синхротронного излучения и электронов. Установлено, что различие свойств $Cs_3(HSO_4)_2(H_2PO_4)$ и $Cs_4(HSO_4)_3(H_2PO_4)$ обусловлено статистическим замещением тетраэдров PO_4 / SO_4 и уменьшением числа водородных связей. При повышении температуры происходит переход в мультифазное состояние, состоящее из тетрагональной и кубической фаз,

изоструктурных тетрагональной фазе CsHSO_4 и кубической фазе CsH_2PO_4 . Кристаллы $\text{Cs}_6\text{H}(\text{HSO}_4)_3(\text{H}_2\text{PO}_4)_4$ уже при комнатных условиях имеют кубическую симметрию. Система водородных связей в этих кристаллах существенным образом отличается от ранее исследованных суперпротонов и близка по параметрам к соединениям H_2SO_4 и H_3PO_4 , что обуславливает их высокую протонную проводимость.

Работа выполнена при финансовой поддержке по Программе Президиума РАН.

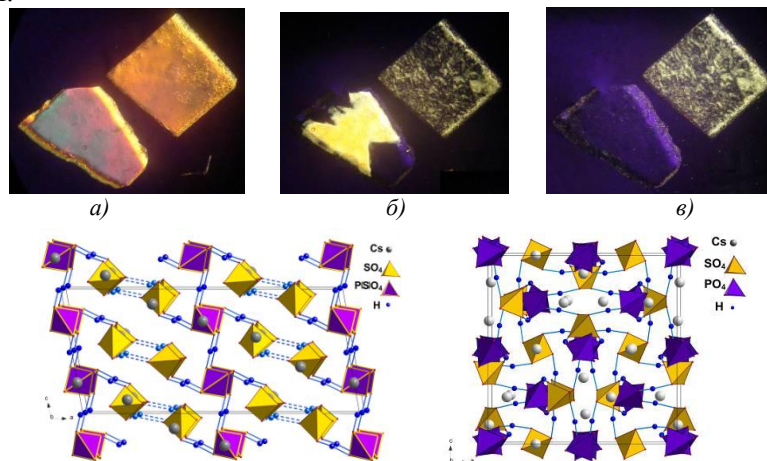


Рис. 1. Монокристаллы $\text{Cs}_3(\text{HSO}_4)_2(\text{H}_2\text{PO}_4)$ (слева) и $\text{Cs}_4(\text{HSO}_4)_3(\text{H}_2\text{PO}_4)$ (справа) в поляризованном свете при температуре (а) 329 К, (б) 411 К, (в) 424 К, (г) их атомная структура; (д) атомная структура кристаллов $\text{Cs}_6\text{H}(\text{HSO}_4)_3(\text{H}_2\text{PO}_4)_4$

1. И.П. Макарова. Физика твердого тела. 2015, 57(3), 432-439.
2. I. Makarova, V. Grebenev, E. Dmitricheva, V. Dolbinina, D. Chernyshov. Acta Cryst. B. 2014, 70, 218-226.
3. E.V. Dmitricheva, I.P. Makarova, V.V. Grebenev, V.V. Dolbinina, I.A. Verin. Solid State Ionics. 2014, 268, 68-75.
4. I. Makarova, E. Selezneva, V. Grebenev, V. Komornikov, A. Vasil'ev. Ferroelectrics. 2016, 500, 54-66.
5. A.S. Mikheykin., D.Yu. Chernyshov, I.P. Makarova, V.V. Grebenev, V.A. Komornikov, E.V. Selezneva. Solid State Ionics. 2017, 305, 30-35.
6. И.П. Макарова, В.В. Гребенев, В.А. Коморников, и др. Кристаллография. 2016, 61(6), 883-887.
7. E.V. Selezneva, I.P. Makarova, I.A. Malyshkina, N.D. Gavrilova, V.V. Grebenev, V.K. Novik, V.A. Komornikov. Acta Cryst. B. 2017, 73, 1105-1113.

Гибридные Au-Ag/C наноструктуры с управляемой морфологией, полученные в результате лазерно-индуцированного осаждения

А.А. Маньшина¹, А.В. Поволоцкая¹, Ю.В. Петров¹, Д.В. Данилов¹

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

Различные гибридные, в том числе металл-углеродные, наноструктуры широко используются в настоящее время в области катализа, биомедицины, диагностики и т.д.. В частности биметаллические золото-серебряные наночастицы могут применяться для повышения чувствительности детектирования низкоконцентрированных примесей различного типа методом поверхностно усиленного комбинационного рассеяния [1].

В данной работе исследуются наноструктуры, образующиеся в результате лазерно-индуцированного осаждения из раствора fotocувствительных металл-органических комплексов типа «палочки в пояске» $[\text{Au}_{12}\text{Ag}_{12}(\text{C}_2\text{Ph})_{18}\text{Br}_3(\text{PPh}_2(\text{C}_6\text{H}_4)_3\text{PPh}_2)_3](\text{PF}_6)_3$. Осаждение производилось из растворов комплекса в различных органических растворителях (ацетон, дихлорэтан, ацетофенон) под действием облучения He-Cd лазером с длиной волны 325 нм. В качестве подложек использовались покровные стекла микроскопа.

Полученные наноструктуры исследовались методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (Carl Zeiss Auriga), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (Carl Zeiss Libra 200FE), рентгеновского микроанализа, рентгеновской дифракции.

В результате лазерно-индуцированного осаждения на поверхности подложки образуются наноструктуры различного типа. Одним из основных типов образующихся структур являются наночастицы и их конгломераты (рис. 1 а,б). Исследование методами рентгеновского микроанализа подтверждает, что данные структуры представляют собой золото-серебряные наночастицы, внедренные в углеродную матрицу.

Помимо наночастиц и их конгломератов, также могут образовываться плоские листы прямоугольной формы (рис. 1в), которые могут срастаться, образуя сложные структуры (рис. 1г). Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа показывает, что данные структуры представляют собой кристаллы, состоящие преимущественно из углерода, в которые встроены золото-серебряные наночастицы размером 2-3 нм. Анализ структуры с помощью электронной дифракции и рентгеновской дифракции позволяет

сделать вывод о монокристаллической структуре углеродного листа с параметрами решетки, не совпадающими с параметрами известных аллотропных модификаций углерода. Установлено, что синтезируемые гибридные наноструктуры могут быть использованы как ГКР-активные платформы для детектирования низких концентраций оловоорганических соединений, представляющих опасность для экосистемы.

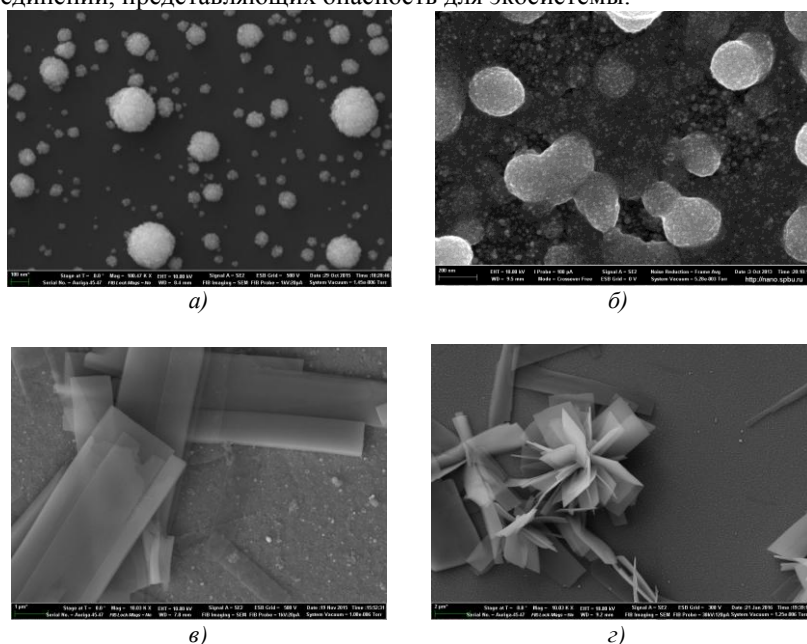


Рис. 1. СЭМ изображения наноструктур, получаемых методом лазерно-индуцированного осаждения: а), б) конгломераты биметаллических наночастиц в углеродной матрице, в) прямоугольные металл-углеродные листы, г) сrostки металл-углеродных листов.

Работа выполнена с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» и центра «Оптические и лазерные методы исследования вещества» Научного парка СПбГУ. Работа выполнена при поддержке РФФИ 17-03-01284

1. M. Y. Bashouti, A. Manshina, A. Povolotckaia, A. Povolotskiy, A. Kireev, Y. Petrov, M. Mačković, E. Spiecker, I. Koshevoy, S. Tunik and S. Christiansen. . Lab on a Chip 2015, 15, 1742-1747

Характеристики разрушения композита с хрупкой молибденовой матрицей и волокнами на основе сапфира и гексаалюмината кальция

С.Т. Милейко, В.М. Кийко

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

Наиболее распространенный метод повышения трещиностойкости волокнистых композитов хрупкое волокно-хрупкая матрица – организация «слабых» поверхностей раздела волокно-матрица за счет покрытий волокон подходящим материалом, например, гексаалюминатом кальция CaAl_2O_9 [1]. В настоящей работе для армирования хрупкой матрицы предлагается использовать композитные волокна с прочной сапфировой Al_2O_3 матрицей и относительно «непрочными» включениями, содержащими CaAl_2O_9 . Волокна изготавливаются методом внутренней кристаллизации [2] из исходной смеси порошков оксидов Al_2O_3 и CaO . Матрицы модельного композитного материала представляет собой хрупкий рекристаллизованный технически чистый молибден.

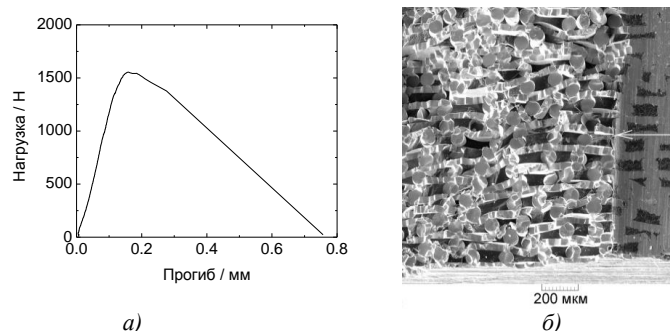


Рис. 1. Результаты испытаний композитного образца с исходным составом (Al_2O_3 –8.4 вес.% CaO)/Mo, кристаллизованного со скоростью вытягивания в холодную зону 50 мм/мин: а) зависимость прогиба образца от нагрузки, б) участок поверхности разрушения образца, стрелкой показана граница исходного надреза.

Испытания образцов композитных материалов, полученных таким образом, показали квазипластическое поведение материалов под нагрузкой, проявляющееся в нелинейности кривых деформирования (рис. 1а, рис. 2а)

и развитых поверхностях разрушения (рис. 1б, рис. 2б). В результате испытаний на трехточечный изгиб образца, представленного на рис. 1, получено значение критического коэффициента интенсивности напряжений $K^*=22.0 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, эффективной поверхностной энергии [3] $g^*=7500 \text{ Дж/м}^2$, прочности образца с надрезом $\sigma_n^*=390 \text{ МПа}$. А для образца, представленного на рис.2, $K^*=15.0 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, $g^*=3700 \text{ Дж/м}^2$, $\sigma_n^*=440 \text{ МПа}$, прочность образца из этого же материала без надреза $\sigma_0^*=530 \text{ МПа}$; значение $\sigma_n^*/\sigma_0^*=0.83$ указывает на малую чувствительность композитного материала к надрезу.

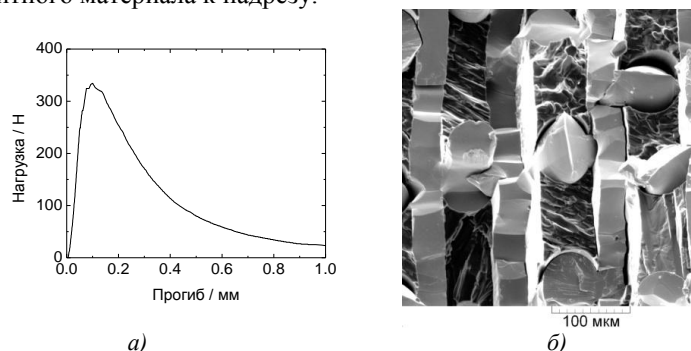


Рис. 2. Результаты испытаний композитного образца с исходным составом (Al_2O_3 –4.2 вес.%CaO)/Mo, кристаллизованного со скоростью вытягивания в холодную зону 250 мм/мин: а) зависимость прогиба образца от нагрузки, б) участок поверхности разрушения образца.

Структуры образцов композитного материала имеют иерархическую организацию: композитные волокна в композите. При разрушении такая структура, состоящая из хрупких компонентов, обеспечивает достаточную для конструкционных материалов трещиностойкость. Рис. 1б, рис. 2б демонстрируют сложный многоуровневый характер разрушения, требующий значительных затрат энергии на этот процесс: развитую поверхность разрушения волокон, расслоения по границам раздела волокно-матрица, вытягивание волокон из матрицы, извилистую траекторию макротрещины.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 А).

1. *Cinibulk M.K.* J. Eur. Ceram., 2000, 20, 569-582.
2. *С.Т. Милейко, В.И.Казьмин.* Мех. композ. материалов, 1991, 5, 898-908.
3. *Кийко В.М.* Тезисы IX Межд. конф. ФППК-2016, Черногловка, 2016, 156.

Приготовление ламелей из металлических стекол методом сфокусированного ионного пучка

В.Ю. Михайловский, Д.В. Данилов, Е.В. Болтынюк, Е.В. Убийвовк

Санкт-Петербургский государственный университет, 199034, Санкт-Петербург, Университетская набережная 7–9.

Металлические стекла (МС) являются чрезвычайно перспективным материалом с точки зрения их практического применения [1]. Из-за отсутствия кристаллической решетки и отсутствия связанных с ней дефектов структуры, таких как дислокации, МС обладают выдающимися механическими и прочностными характеристиками: высоким пределом упругого удлинения, высокой прочностью и значительной стойкостью по отношению к коррозии [1]. На свойства МС оказывают очень сильное влияние локальные особенности их структуры и состава, такие как наличие или отсутствие нанокристаллической фазы или химическая неоднородность состава. Подобные локальные особенности могут возникать как в ходе изготовления МС, так и создаваться направленным воздействием, например, при помощи интенсивной пластической деформации [2] или облучения ионами высоких энергий [3].

Для изучения структуры МС и ее локальных особенностей наиболее подходящим методом является просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Однако, подготовка образцов МС к исследованию методом ПЭМ может необратимо изменять структуру МС. Любое достаточно интенсивное воздействие, будь то механическая полировка или облучение сфокусированным пучком ионов (ФИП) может приводить к формированию локальных особенностей структуры МС. Различение изначально существовавших особенностей структуры МС и особенностей, возникших в ходе пробоподготовки, зачастую является непростой задачей.

Для минимизации изменения структуре МС в ходе изготовления образца для ПЭМ нами был разработан протокол пробоподготовки методом ФИП. Основными принципами являлись: выбор максимального тока ионного пучка исходя из выражения $I_{max} = T_k a \pi k / U_{acc}$, где T_k – температура кристаллизации данного сплава, a – диаметр ионного пучка в нм, k – теплопроводность данного материала, U_{acc} – ускоряющее напряжение ионной колонны, а также минимизация времени нахождения пучка в одной точке сканирования и минимизация времени обработки поверхности образца ионами низких энергий.

На рисунке 1А приведен снимок ламели, изготовленной из МС $Zr_{0.5}Cu_{0.5}$. Ламель была приготовлена методом ФИП при помощи двулучевой станции ZeissAurigaLaser. Поскольку данный сплав обладает достаточно высокой теплопроводностью, в работе были использован максимальный ток ионного пучка 4 нА. Полировка ламели осуществлялась при энергии ионов 1 кэВ. Толщина ламели составила величину около 60 нм.

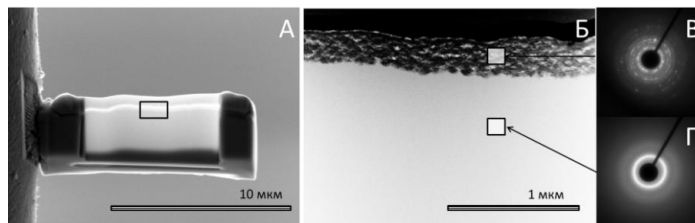


Рис. 1.Изображения ламели $MCZr_{0.5}Cu_{0.5}$. А – РЭМ изображения общего плана ламели, Б – ПРЭМ изображение участка вблизи поверхности МС и окисленного слоя, В – электронограммананокристаллического слоя вблизи поверхности, Г – электронограмма аморфного слоя под поверхностью.

Поверхность МС $Zr_{0.5}Cu_{0.5}$ интенсивно окисляется в присутствии атмосферного кислорода. Окисленный слой может оказывать существенное влияние на характеристики массивных МС, полученных путем прессования отдельных фольг МС, поэтому изучение динамики его роста представляет значительный интерес. На изображении 1Б приведен ПРЭМ снимок приповерхностного участка МС и окисленного слоя. Изображения дифракции электронов, приведенные на рисунке 1В и 1Г, подтверждают наличие кристаллической фазы в оксидном слое и ее отсутствие – в глубине МС.

Таким образом, была разработана методика приготовления ламелей из МС для ПЭМ методом ФИП, позволяющая минимизировать артефакты пробоподготовки и исследовать исходную структуру МС.

Все экспериментальные исследования были проведены с использованием оборудования МРЦ «Нанотехнологии», Научный Парк СПбГУ.

1. A. Inoue. *ActaMaterialia*, (2000), 48(1), 279-306..
2. D. Gunderov, V. Slesarenko, A. Lukyanov, et al. *Advanced Engineering Materials*, (2015), 17(12), 1728-1732.
3. J. Carter, E.G.Fu, G. Bassiri, et al. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, (2009), 267(8-9), 1518-1521.

Исследование протекторных резин методом электронной микроскопии

Т.И. Муравьева¹, О.О. Щербакова¹, Д.Л. Загорский¹

¹ Институт проблем механика им А.Ю.Ишлинского РАН, г, Москва., Россия

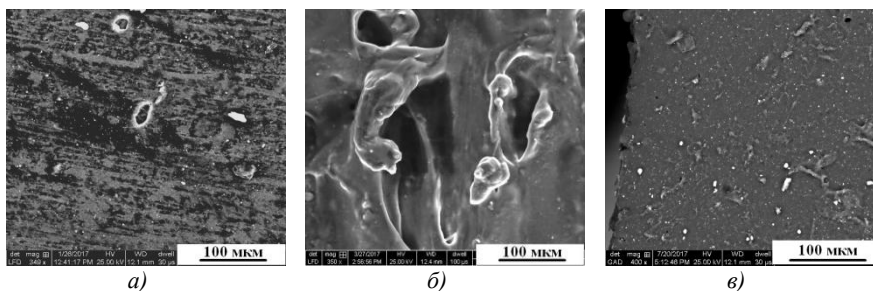
В работе исследованы протекторные резины различного типа, которые используются в пневматических шинах. Изменением состава резин можно добиться улучшения их эксплуатационных свойств - сцепления с дорогой, трибологических параметров, увеличения ресурса. В работе изучены протекторные резины на основе различных видов каучуков - проведено комплексное микроскопическое исследование трех групп образцов протекторных резин: первая (образцы 1 и 2) - на основе комбинаций НК и СКД каучуков, вторая (образцы 3 и 4)- на основе НК каучуков, третья (образец 5) - на основе комбинаций ДССК+СКД каучуков. Данные образцы изучались до и после триботехнических испытаний (поверхность и срез).

Оценено влияние состава на структуру поверхности резины, её трибологические и адгезионные свойства. Характеристики шин оценивались в ходе трибоиспытаний, моделирующих реальные условия эксплуатации.

Исследование поверхности проводилось на электронном микроскопе (СЭМ) – использовался микроскоп FEI Quanta 650 с приставкой EDAX для элементного анализа и возможностью работы в низком вакууме.

В работе применялись два типа детекторов – детекторы вторичных (LFD) и обратноотражённых электронов (GAD), соответственно. Детекторы работали одновременно. Также проводилось картирование по отдельным элементам.

Все изучаемые образцы исследовались в исходном состоянии и после трибологических испытаний. Проведены электронномикроскопические исследования всех образцов. В качестве примера на Рис.1 представлены результаты для образцов с наибольшими различиями- №1 и №5.



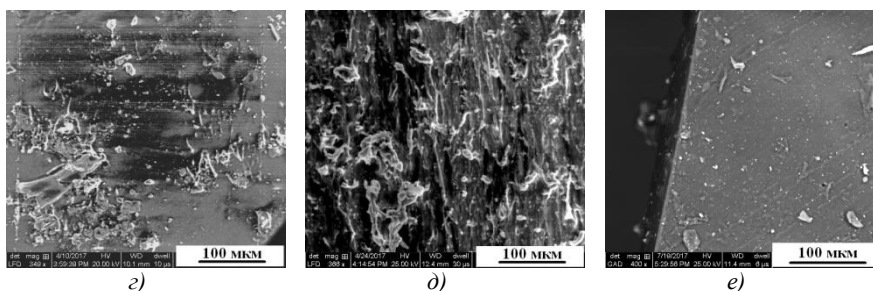


Рис. 1. Электронномикроскопические изображения (вторичные электроны): верхняя строка- образец №1 на основе комбинации НК и СКД каучуков: а) исходная поверхность; б) поверхность после испытаний; в) срез после испытаний; нижняя строка- образец №5 на основе комбинации ДССК+СКД каучуков: г) исходная поверхность; д) поверхность после испытаний, е) срез после испытаний.

Показано, что образцы первой и второй групп по своим свойствам достаточно близки. По СЭМ изображениям можно сделать вывод о том, что в исходном состоянии образец №1 имеет довольно гладкую поверхность, на которой наблюдается заметное количество частиц близкого состава, достаточно однородно распределённых по поверхности. На поверхности образца №5 в исходном состоянии обнаружено большое количество инородных включений различных размеров, неоднородно распределённых по поверхности.

После трибологических испытаний на образце №1 происходят сильные изменения поверхности – образуются глубокие борозды, вырывы и каверны. Поверхность образца №5 после трибологических испытаний также изменяется – формируется рельеф и полосы, ориентированные вдоль направления трения. Однако, в отличие от остальных образцов, изменение поверхности выражено не так сильно.

Срез образца №1 выглядит рыхлым и негладким, в то время как срез образца №5 достаточно однородный, плотный и гладкий. Элементный состав приповерхностного слоя значительно отличается от состава в объёме резины. Однако слой этот достаточно тонкий (10-20 мкм), а на большем удалении от поверхности состав однородный по объёму (не зависит от глубины).

Полученные результаты дают возможность обоснованно подбирать составы резин для целенаправленного регулирования их свойств.

Благодарности. Работа выполнена при поддержке гранта РФФ 14-29-0198-П. Авторы благодарны Морозову А.В. и Буковскому П.О. за проведение трибоиспытаний.

Комплексная микроскопия пленок AlN, полученных твердофазной эпитаксией на поверхности сапфира

Муслимов А.Э., Бутащин А.В., Колымагин А.Б., Каневский В.М.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», Москва, Россия

Наиболее распространены методы газофазной эпитаксии пленок AlN на различные подложки [1] и метод термохимической нитридации поверхности подложки Al₂O₃ [2]. Однако, AlN может быть получен нагревом чистого алюминия до 700⁰С в атмосфере азота [3], но предыдущие опыты приводили к получению текстурированных пленок AlN [4]. Целью данной работы являлось получение эпитаксиальных пленок AlN нитридизацией чистого алюминия на подложках сапфира в атмосфере азота. Эксперимент проводился на вакуумной установке с безмаслянной откачной системой. По достижении высокого вакуума (~10⁻⁴ Па) производилось напыление пленок алюминия на подложки сапфира (0001). После этого осуществлялся нагрев образца в атмосфере особо чистого азота до температур в диапазоне 700-1200⁰С. Для определения структуры использовались метод дифракции быстрых электронов на отражение и метод рентгеновской дифракции в геометрии по Брэггу-Брентано. Показано, что получены эпитаксиальные кристаллические пленки AlN на сапфире и выполняются следующие эпитаксиальные соотношения (рис.1):

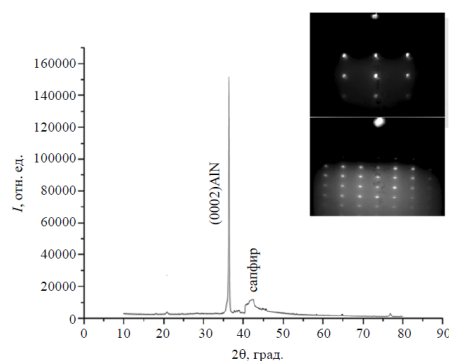
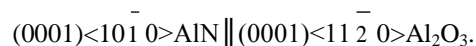


Рис.1. Картина рентгеновской дифракции пленки AlN/сапфир. На вставке: картины дифракции быстрых электронов от этой пленки.

Наблюдаемая мозаичность пленок AlN, на что указывает ранительно высокая величина полуширины кривой дифракционного отражения (0002) на рис. 1, может быть обусловлена тем, что время отжига (1 час) и температура (1200 °C) недостаточны для полного протекания диффузионных процессов в твердой фазе при твердофазной эпитаксии AlN на сапфировой подложке. Нитридизация пленки Al/Al₂O₃ при сравнительно быстром нагреве образцов (~300 °C/час) приводит к значительному увеличению шероховатости поверхности пленки AlN/Al₂O₃ (рис. 2, а). Если же использовали ступенчатое нагревание Al/Al₂O₃ с выдержкой в температурном диапазоне нитридизации 700÷800 °C (скоростью нагрева ~100 °C/час), то шероховатость поверхности пленки AlN не превосходила 1 нм по данным атомно-силовой микроскопии (см. рис. 2, б).

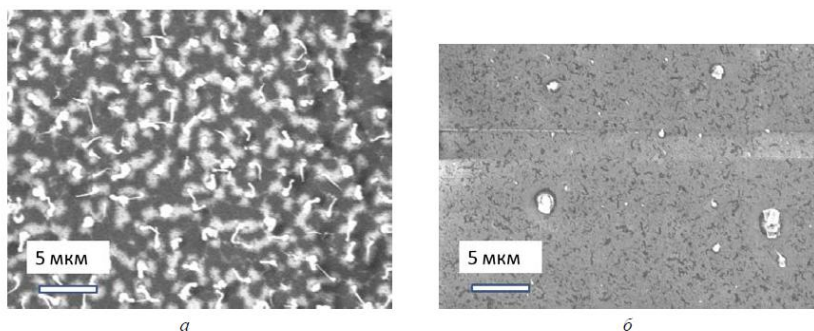


Рис.2. РЭМ – изображения поверхности пленок AlN/Al₂O₃, полученных в разных режимах: нагрев до температуры 1200°C и выдержка в течение 1 часа со скоростью нагрева ~300°C/час (а) и ~100°C/час(б).

Такая методика получения эпитаксиальных пленок AlN может найти применение в технологии получения материалов для пьезотехники, оптоэлектроники и фотоники.

1. Jasinski J., Liliental-Weber Z., Paduano Q. S., et al. // Appl. Phys. Lett. 2003. Vol. 83. P. 2811.
2. Нижанковский С. В., Крухмалев А. А., Калтаев Ч. Ш.-оглы и др. // ФТТ. 2012. Т. 54. С. 1777.
3. Коршунов А. В. // Изв. Томского политех. универ. 2010. Т. 316. С. 17.
4. Huang J., Wang L., Shen Q., et al. // Thin Solid Films. 1999. Vol. 340. P. 137.

Электронно-микроскопическое исследование кристаллов семейства лантан-галлиевого силиката $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ и $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$

В.И. Николайчик, Д.В. Рошупкин, М.Н. Ковальчук

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

Пьезоэлектрические кристаллы со структурой лантангаллиевого силиката имеют структурную формулу $\text{A}_3\text{BC}_3\text{D}_2\text{O}_{14}$, где А, В, С, D – различные элементы, которые в общем случае могут занимать разные позиции в кристаллической ячейке. Кристаллы семейства лангасита привлекают большое внимание из-за уникальных физических характеристик: 1) пьезоэлектрические модули в 3 раза превышают соответствующие значения для кварца; 2) отсутствуют фазовые превращения вплоть до температуры плавления около 1500°C , что делает их безальтернативными материалами для высокотемпературных применений.

В данной работе проведено электронно-микроскопическое исследование двух пьезоэлектрических кристаллов семейства лангасита $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (LGS) и $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (CTGS). Образцы представляли собой монокристаллические пластинки с ориентацией (001) LGS и (100) CTGS, которые использовались для создания фильтров ПАВ.

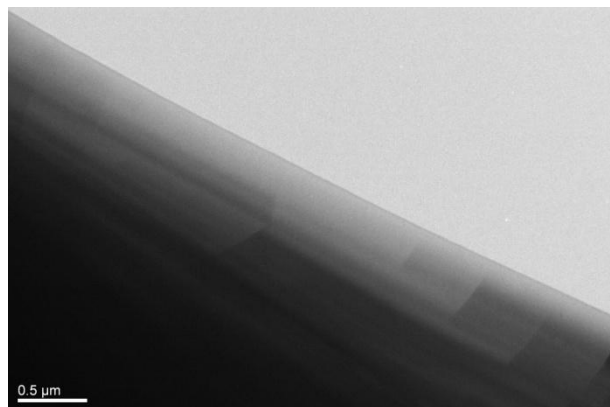
Образцы для электронно-микроскопических исследований готовили двумя способами. При первом способе от пластинок откалывались небольшие кусочки, которые перетирались, и далее готовилась эмульсия, содержащая частицы микронных размеров. При втором способе образцы готовились из пластинок с использованием механического и ионного утонения. Электронно-дифракционное и высокоразрешающее исследования проводились, соответственно, в электронном микроскопе JEM-2000FX, оборудованном системой элементного анализа INCA, и электронном микроскопе JEM-2100.

Наблюдение картин электронной дифракции от частиц в различных дифракционных зонах выявило, что кристаллическая структура как LGS, так и CTGS, описывается в рамках пространственной группы P321 (аналогично структуре кварца) с параметрами элементарной ячейки $a \approx 8.17$, $c \approx 5.10 \text{ \AA}$.

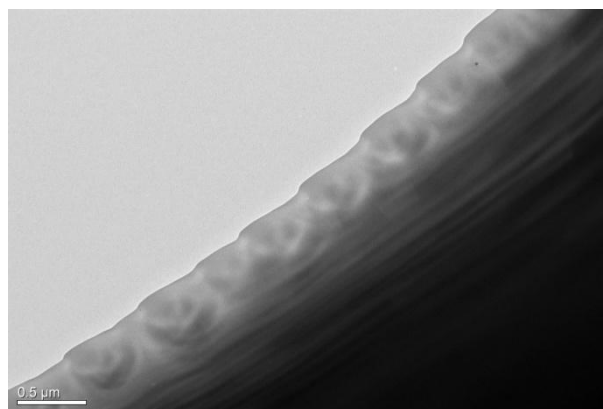
Исследование показало присутствие в пластинке LGS разориентированных областей решетки (размером 0.5-1 мкм), которые выявляются на изображениях (рис.1) и наблюдением локальных

дифракционных картин. Локальная разориентация взаимосвязана с присутствием в пластинке LGS сильных напряжений, которые также вызывают затруднение при приготовлении образцов для электронно-микроскопического исследования – материал легко растрескивается при димпировании (приготовлении лунки перед ионным утонением).

Различие в акустических свойствах пластинок LGS и CTGS может быть обусловлено наличием областей локальной разориентации в LGS.



а)



б)

Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение пластинки пьезоэлектрического кристалла LGS, демонстрирующее наличие областей локальной разориентации изменяющих контраст толщинных (а) и изгибных (б) экстинкционных контуров.

Об особенностях электронного строения фторидов некоторых щелочноземельных и редкоземельных элементов

В.В. Новикова¹, А.К. Кулыгин¹, Г.Г. Лепешов¹, А.С. Авилов¹

¹ ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН

История изучения фтор-ионной проводимости насчитывает уже многим более 100 лет, однако природа этого явления для разных фторидных материалов еще далеко не исследована. Среди веществ, обладающих фтор-ионной проводимостью, особый интерес вызывают фториды ШЗЭ и РЗЭ элементов. Сами по себе они проявляют диэлектрические свойства. Однако небольшое добавление одного фторида в другой (3-5 ат %) приводит к возникновению нестехиометрических фторидов со сложной нанокластерной структурой и резкому возрастанию фтор-ионной проводимости (на 9-10 порядков), т.е. образованию по сути суперионной проводимости. Проведено много структурных исследований, в первую очередь, рентгено-дифракционными методами, большого количества нестехиометрических фторидов с разным количественным (по содержанию РЗЭ) и качественным составом (с разными ШЗЭ и РЗЭ), которые использовались для объяснения нанокластерной структурированности этих материалов.

В данном исследовании применялись методы прецизионной электронографии, которые, как известно, имеют определенные преимущества перед рентгено-дифракционными. Это, большая (в разы) чувствительность интенсивности дифракции электронов в области малых углов к эффекту перераспределения электронов при образовании химической связи. Во-вторых, возможность прямого построения распределения электростатического потенциала (ЭСП) из дифракционных интенсивностей, который входит в качестве переменной во многие модели расчетов физико-химических свойств.

В центре нашего внимания был фторид $Ba_xLa_{1-x}F_{2.5-x}$ [1]. Для последующего изучения свойств этого и других подобных соединений в качестве первого этапа были исследованы поликристаллические нанопленки LaF_3 , BaF_2 и CaF_2 . Исследования проводились в электронографе ЭМР-102 с применением для регистрации электронограмм "Изображающих пластин" и развитого ранее авторами прецизионного метода измерения. Для всех образцов с помощью программы ASTRA [1] уточнены параметры электронной структурной модели Хансена-Коппенса [2]. Из уточненных значений заселенности внешних электронных оболочек (Pv) и параметра сферического сжатия ионов (κ) следует, что все кристаллы имеют преимущественно ионный характер химической связи (см. таблицы 1, 2). Из полученных данных видно, что в BaF_2

связь имеет более ионный характер, что можно, например, объяснить большим радиусом внешних оболочек электронов бария.

Таблица 1. Результаты уточнения параметров структурной модели CaF_2 .

Атом	$B(\text{Å}^2)$	k	Pv	R-фактор (%)
Ca	0.615 (23)	1.106 (15)	0.106(2)	2.8
F	0.788 (48)	0.937 (15)	7.894(1)	

Таблица 2. Результаты уточнения параметров структурной модели BaF_2 .

Атом	$B(\text{Å}^2)$	k	Pv	R-фактор (%)
Ba	0.604 (11)	1*	0.064(4)	2.4
F	0.901 (21)	0.930 (12)	7.967(8)	

*- параметр не уточнялся

Таблица 3. Результаты уточнения параметров структурной модели LaF_3 .

Атом	$B(\text{Å}^2)$	K	Pv	R-фактор (%)
La	0.541 (21)	1*	1.601(3)	1.7
F	0.957 (15)	0.801 (12)	6.185(5)	
F	1.035(12)	0.8855(54)	6.381(2)	
F	0.883(36)	1.0245(34)	7.999(3)	

*- параметр не уточнялся

В таблицах: В - тепловой фактор Дэбая-Валлера и R- фактор обозначает расходимость между экспериментальными и модельными структурными амплитудами и рассчитывается известным способом.

На основании полученной электронной модели рассчитаны электронная плотность и ЭСП, для которых проведен количественный анализ и которые будут использованы при моделировании физических свойств и в объяснении природы фтор-ионной проводимости. В настоящее время продолжается работа по исследованию соединения $\text{Ba}_x\text{La}_{1-x}\text{F}_{2.5-x}$ для разных значений x. Планируется теоретическое моделирование образующихся нанокластеров и их электронное состояние вместе с экспериментальными измерениями проводимости этих соединений.

1. Sorokin N.I., Golubev A.M., Sobolev B.P. Crystallography Reports, (2014), v.59, p.238.

2. Dudka A.P. Crystallography Reports, (2002), v.47, p.152.

3. Hansen N.K., Coppens P. Acta Crystallographica, (1978), A34, p.909.

Сверхнизкое трение легированных композиционных покрытий

М.В. Ноженков ¹, А.С. Авилов ², Е.С. Лобанова ¹

¹ *Закрытое акционерное общество «Техном-Т», 117587, г. Москва, Кировоградская, дом 9, к.1, Россия*

² *Институт кристаллографии РАН, 119333, Москва, Ленинский проспект, дом 59, Россия*

Триботехнические свойства деталей и узлов машин и механизмов определяются структурой и физико-механическими характеристиками свойствами их рабочих поверхностей. Повышение износостойкости и антифрикционных характеристик возможно с помощью защитные покрытия, наносимые различными методами. Поверхностные слои существенно отличаются от основного материала. Свойства рабочих поверхностей используемых в современном машиностроении нержавеющей сталей аустенитного класса и титановых сплавов можно улучшить путем применения многослойных покрытий. Композиционные покрытия на основе переходных металлов наносились магнетронным и высокочастотным катодным распылением. Сверхнизкое трение изучено в работах [1-6], где было обнаружено подобие ряда явлений (сверхнизкое трение, сверхпроводимость, сверхтекучесть) и определены критерии подобия как соотношение количества двух фаз (потоков частиц) с различными свойствами.

Были нанесены и исследованы покрытия на основе переходных металлов IV-VI групп Периодической системы, в частности, оксидов хрома, нитридов молибдена, дихалькогенидов молибдена и вольфрама (MoS_2 , MoSe_2 , WS_2 и WSe_2). Нанесение осуществлялось вакуумными ионно-плазменными методами (катодным и магнетронным распылением, электронно-лучевого испарения (методом РЭП). Триботехнические испытания проведены на воздухе при нормальных условиях на машинах трения УГС-1. Испытания по схеме диск—сфера (диаметр сферы 9,0 мм) производились при нагрузке 3,0 Н, скорость скольжения была постоянной и равной 0,019 м/с. Покрытия наносились при температурах подложки от 283 до 1573К на полированные образцы из компактной керамики Al_2O_3 , стали ШХ-15, стали 12Х1810Т, титановые сплавы. Структура покрытий была исследована методом дифракции электронов на отражение в электронографе ЭМР-102М, морфологию поверхности изучали с помощью электронных микроскопов JXA-841 и JSM-35С. Исследования

элементного состава полученных покрытий были проведены методом спектроскопии характеристического рентгеновского излучения (JEM-100С с приставкой CEVEX) и методом рентгеновской фотоэмиссионной спектроскопии (ESCALAB-5).

Исследованиями установлено, что при изменении температуры подложки происходило формирование аморфных, поликристаллических или текстурированных покрытий. Ориентация кристаллитов с осью $[10\bar{1}0]$, перпендикулярной поверхности подложки, наблюдалась для MoS_2 , MoSe_2 , WS_2 , WSe_2 в температурном диапазоне 473-973К и с осью $[11\bar{2}0]$ - для MoS_2 при $T=673-773\text{K}$. Текстура роста с осью $[10\bar{1}0]$ формировалась во всех дихалькогенидах, тогда как текстура с осью $[11\bar{2}0]$ была обнаружена в покрытиях из дисульфида молибдена в температурном диапазоне 673-773К. Установлено, что наиболее высокими антифрикционными свойствами обладают покрытия на основе дихалькогенидов с кристаллической структурой. Сочетание нанесения износостойкого слоя с легированием наружных антифрикционных слоев атомами дополнительного элемента позволяет существенно улучшить антифрикционные характеристики. Энергетически выгодным расположением частиц в кристаллической решетке для осуществления без диссипативного перемещения с отсутствием сил сопротивления являются пространства Ван-дер-Ваальса в слоистых системах, в которых возможно прогнозирование реализации исследованных явлений. Предложена модель роста покрытий и механизм сверхнизкого трения.

1. Ноженков М.В. Вихревые потоки в диссипативных системах // Сборка в машиностроении, приборостроении. 2018. №2, 77-91
2. Ноженков М.В. Влияние структуры на сверхнизкое трение покрытий, нанесенных ионным распылением // Поверхность. - 2015, №5, 100-112.
3. Ноженков М.В. Структура и свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий // Поверхность. - 2014. №1. 54-63.
4. Nozhenkov M.V. Superlow interaction in layered structures // Global J. Res. Engineer.A. – 2014 (14), Is.2, 49-55.
5. Ноженков М.В. Влияние кристаллической структуры на триботехнические свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий // Трение и износ. - 2013, Т.34, №2, 188-198
6. Nozhenkov M. V. The ultra-low friction of layer structures // Mechanical Engineering Research. – 2013 (3), N2, 73-90.

Особенности роста и морфология поверхности эпитаксиальных пленок $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$

И.Р. Нуриев¹, А.М. Назаров¹, М.А. Мехрабова², Р.М. Садыгов¹,
А.А. Абдуллаева³, Э.И. Мирзоев¹

¹ Институт физики им. академика Г.М.Абдуллаева НАН Азербайджана,
AZ1143, Баку, пр.Г.Джавида, 131, Азербайджан

² Институт Радиационных Проблем НАН Азербайджана,
AZ1143, Баку, ул.Б.Вахабзаде, 9, Азербайджан

³ Азербайджанский Технический Университет
AZ1073, Баку, пр.Г.Джавида, 25, Азербайджан

В последние годы широкое распространение получили эпитаксиальные пленки полумагнитных полупроводников и создание различных приборов на их основе. Успешное применение указанных пленок в современной оптоэлектронике требует разработку технологии получения структурно совершенных пленок с чистой, гладкой поверхностью. Известно, что приборы создаются в тонких приповерхностных слоях кристаллов и все структурные изменения отражаются на характеристиках приборов. Поэтому структура и морфология поверхности кристаллов играет важную роль при изготовлении различных приборов.

В настоящей работе рассматривается исследование особенности роста структура и морфология поверхности эпитаксиальных пленок $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$ ($x=0.03$) толщиной 0.5 ± 1 мкм, выращенных на стеклянных подложках методом конденсации молекулярных пучков в вакууме 10^{-4} Па. В качестве источника использовались синтезированные твердые растворы $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$ ($x=0.03$).

Особенности роста и структуры пленок исследовались рентгенодифракционным методом (BRUKER XRD D8 ADVANCE). Морфология поверхности методами сканирующей электронной микроскопии (The Carl Zeiss Sigma VP Scanning Electron Microscope (SEM)) и атомно-силовой микроскопии (ACM Intesca Prima). Определены оптимальные условия получения структурно совершенных эпитаксиальных пленок с чистой гладкой поверхностью, без включения второй фазы.

Показано, что при температуре подложки $T=300$ К растут поликристаллические пленки с кубической структурой ($a=6,478$ Å) в смеси с аморфной фазой $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$. При температуре подложки $T=500$ К получаются пленки с поликристаллической структурой без смеси с аморфной фазой. Повышение температуры подложки до 673 К приводит к получению эпитаксиальных пленок со структурой типа сфалерита с направлением роста [111].

С применением метода SEM были исследованы морфология поверхности эпитаксиальных пленок $\text{Cd}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Te}$ ($x=0.03$) полученные без компенсации и с

компенсацией дополнительным источником паров Te в процессе роста. Показано, что морфология поверхности пленок полученные при выше указанных условиях резко отличаются (рис. 1а,б).

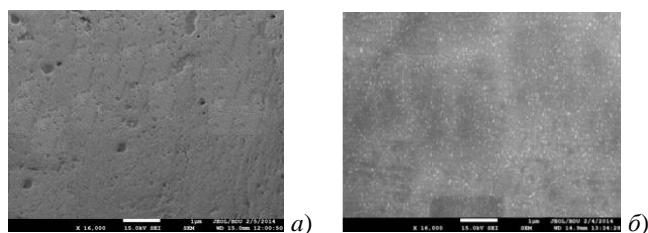


Рис. 1. Электронномикроскопические снимки поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Fe_xTe$ ($x=0.03$) полученных при температуре подложки $T_n=673K$:
а) без компенсации Te, б) с компенсацией Te.

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

Морфология поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Fe_xTe$ ($x=0.03$) также были исследованы методом АСМ. Трехмерное (3D) изображения поверхности пленок полученные при выше приведенных условиях представлены на рис.2.а,б.

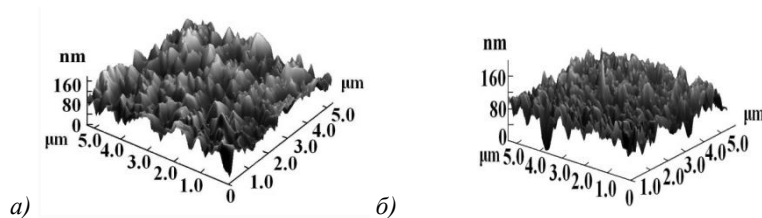


Рис. 2. Трехмерное (3D) изображения поверхности эпитаксиальных пленок $Cd_{1-x}Fe_xTe$ ($x=0.03$) полученные на АСМ:
а) без компенсации Te, б) с компенсацией Te.

Установлено, что пленки полученные без компенсации Te имеют шероховатую поверхность (рис.2а). Использование дополнительного компенсирующего источника паров Te в процессе роста, получаются пленки с относительно гладкой поверхностью (рис.2б).

Данная работа выполнена при финансовой поддержке проекта УНТЦ 6288.

Исследование морфологии поверхностимембраны высокотемпературного преобразователя давления

Н.М. Парфёнов¹ И.В. Годовицын²

МАИ (национальный исследовательский университет), 125993. Москва ГСП-3, Волоколамское шоссе. д.4. E-mail: sedennik@mail.ru.

НПК Технологический центр, Москва, пл. Шокина. д.1, стр.7. E-mail: ioq@tcen.ru

Разработка и исследование датчиков давления мембранного типа является актуальной задачей поскольку для авиационно-космической и другой высокотехнологичной техники требуются высокотемпературные датчики с долговременной стабильностью характеристик.

Основным элементом датчиков давления является преобразователь, создание которого неразрывно связано с постоянным совершенствованием технологии и производства.

Преобразователь датчика давления представляет собой монолитную структуру “кремний-на- изоляторе” (КНИ), сформированную путём двухстороннего глубинного анизотропного химического травления и состоящего из тензорамки и мембраны [1,2]. Исследования показали, что такие характеристики как чувствительность и линейность выходной характеристики существенно зависят от свойств мембраны. В частности, рабочий диапазон давления задаётся формой и размерами мембраны.

Учитывая, что мембрана преобразователя при воздействии на неё внешней нагрузки испытывает упругую деформацию, поверхность мембраны должна иметь минимум локальных дефектов. Установлено, что при глубоком травлении происходит неравномерно травление мембраны по толщине. Исследования, проведённые в работе [2] показали, что поверхность мембраны имеет участки с неравномерным волнообразным профилем. Одной из причин неравномерности могут быть дефекты кремния.

Цель работы—исследование возможных причин образования локальных дефектов и механических напряжений на поверхности кремниевой квадратной мембраны, а также поиск путей снижения дефектности.

Ранее в работе [3] была исследована мембрана и определено влияние формы мембраны на механическую прочность и стабильность

характеристик преобразователя. Показано, что мембрана круглой формы, по сравнению с другой конструкцией (квадратной), способна выдерживать значительно большие механические перегрузки. Кроме того, круглая форма позволяет использовать известные методы математического анализа и проведения расчёта размеров мембраны, исходя из рабочего диапазона давления

В результате проведённых технологических тестов показано, что на поверхности кремния могут образовываться локальные дефекты и шероховатости, вызывающие искажение симметрии полей упругих напряжений и, следовательно, ухудшение метрологических характеристик датчиков. Поэтому для совершенствования характеристик преобразователей, которые соответствовали бы требованиям высокотехнологичной техники, необходимо решить ряд проблем, связанных с локальными дефектами, возникающими как при выращивании кремниевых кристаллов, так и в процессе технологических операций при изготовлении датчиков.

В настоящей работе проведены исследования шероховатости рельефных структур на поверхности кремниевых пластин. Показано, что выбором режима травления в растворах КОН и ТМАН можно существенно снизить шероховатость и уменьшить её влияние на характеристики приборов [3].

В работе проведено исследование влияния скорости травления, температуры и концентрации на шероховатость поверхности кремния. Благодаря относительно низкой токсичности и дешевизне при травлении наиболее оптимально использование щелочного раствора КОН.

Исследование мембраны квадратной формы исследовалась с помощью оборудования ЦКП “Функциональный контроль и диагностика микро- и наносистемной техники” (ЦКП НПК “Технологический центр”), а также электронных микроскопов ТМ-3000 и Quanta 200 3D.

Исследования показали, что морфология поверхности мембраны, имеет локальные микродефекты, неоднородную по толщине поверхность, шероховатость и полосы, в некоторых образцах она имеет волнообразный характер. Предполагаемыми причинами могут быть технологические процессы, начиная от получения кремниевых кристаллов методом Чохральского [4-6] и процесса сращивания пластин при высокой температуре и заканчивая глубоким травлением.

Таким образом, учитывая результаты, полученные с помощью РЭМ необходимо дальнейшее исследование и корректировки ряда технологических обработок в части глубокого травления кремния с использованием экспериментальных образцов для получения результатов, способствующих получению, долговременной стабильности характеристик преобразователей.

Работы выполнены при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Соглашение № 14.577.21.0245, уникальный идентификатор ПНИЭР REMEF2157717X0245).

Список литературы

1. Соколов Л.В., Архипов С. В. Школьников В.М. Исследование механизма глубинного анизотропного химического травления при формировании объёмных микромеханических структур в кремнии. (100). // Микроэлектроника. 2003 том 32. № 3. С.194—201.
2. Соколов Л.В., Жуков А.А., Парфёнов Н.М. Данилин А.А. Исследование процесса прецизионного глубинного микропрофилирования трёхмерной кремниевой тензорамки на гетероструктуре КНИ. // Поверхность, Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2010. № 9, С. 56—61.
3. Парфёнов Н.М., Тимошенко С.П., Тимошенко А.С. Исследование влияния режимов травления на морфологию поверхности кремния. // Автоматизация. Современные технологии. 2016. № 8, С. 36—39.
4. Власов А.И., Цивинская Т.А. и др. Анализ влияния формы мембраны на механическую прочность и стабильность МЭММ—сенсоры давления. // ИППМ РАН, Москва. 2016. № 4. С.65—70.
5. Рейни К. Дефекты и примеси в полупроводниковом кремнии. // М.: Мир. 1984. 471 с.
6. Вавилов В.С., Киселёв В.Ф., Мукашёв Б.Н. Дефекты в кремнии и на его поверхности. // М.: Наука. Гл. ред. Физ.-мат. лит. 1990, 216 с.

Применение просвечивающей электронной микроскопии для идентификации неагломерированных наноалмазных частиц в медных композиционных материалах

В.А. Попов¹, Е.В. Вершинина², М.Н.Ковальчук³

*1 Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
119049 Москва, Ленинский пр., 4, Российская Федерация*

2 Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва

*3 Институт проблем микроэлектроники и особо чистых материалов РАН,
Черноголовка, Российская Федерация*

Идентификация неагломерированных наноалмазных частиц в металлической матрице чрезвычайно затруднена, так как размер первичной наночастицы равен 4-6 нм [1-3]. Исследованию подвергли композиционный материал с медной матрицей и 25%об наноалмазных упрочняющих частиц, полученный с применением механического легирования. Часть материала была исследована в виде гранул, часть гранул была скомпактирована в аноды и композиционный материал был нанесен в виде покрытия на латунную подложку электрохимическим способом. Для исследования наноалмазных частиц в медной матрице была применена просвечивающая электронная микроскопия (просвечивающие электронные микроскопы FEI TITAN 80-300 и FEI TITAN 60-300).

Рис.1. демонстрирует изображения ТЭМ композиционного материала. Отсутствие четко прорисованной границы между наноалмазными частицами и матрицей говорит об отсутствии там дефектов.

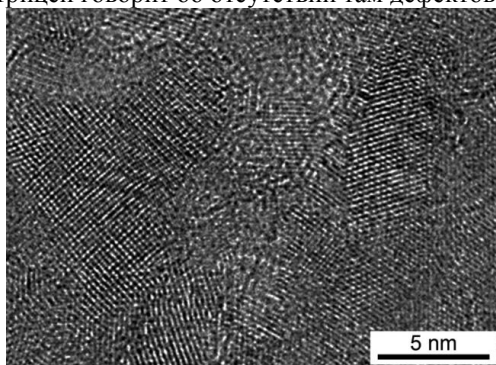


Рис.1. Изображение ТЭМ композиционного электрохимического покрытия «медь + 25%об наноалмазов»

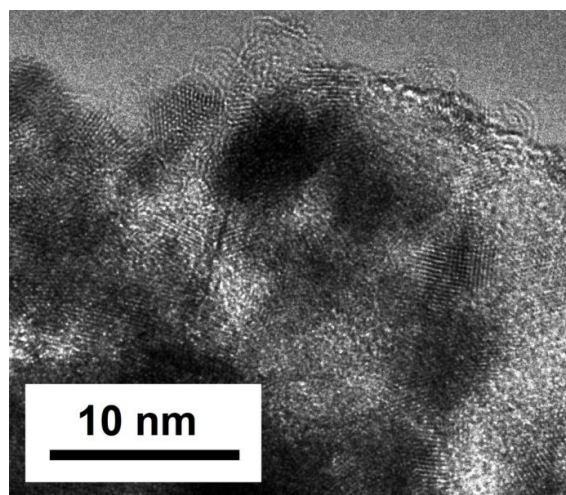


Рис.2. Изображение ТЭМ гранул композиционного материала «медь + 25%об
наноалмазов»

Сопоставление полученных результатов с результатами других исследований говорит о том, что наноалмазы находятся в неагломерированном состоянии, дефекты на границе раздела «наноалмазная частица – матрица» отсутствуют.

Авторы благодарны М.Целикову, И.Ходосу, У.Кайзер за помощь, оказанную при проведении исследований.

1. V.A. Popov. Examination of Non-Agglomerated Nanodiamonds Inside Aluminum Matrix Composites by Synchrotron Radiation. In: *Zacharie Bartul and Jérôme Trenor (Eds.) "Advances in Nanotechnologies. Volume 14"*, Nova Science Publishers, New York, 2015, pp. 185-200 ISBN: 978-1-63482-971-7

2. V.A. Popov. Metal matrix composites with non-agglomerated nanodiamond reinforcing particles. In: *Xiaoying Wang (Ed.) "Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Applications"*, Nova Science Publishers, New York, 2013, pp.369-401. ISBN: 978-1-62948-226-2

3. V.A. Popov, E.V. Shelekhov, E.V. Verzhinina. *European Journal of Inorganic Chemistry*, 2015 DOI:10.1002/ejic.201501149

Исследование эпитаксиальных слоев многослойного графена и гексагонального нитрида бора методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии

А.С. Приходько¹, Н.И. Боргардт¹, М. Neilmann², J-М. J. Lopes²

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.

Гетероструктуры на основе графена (graphene) и гексагонального нитрида бора (h-BN) являются перспективными элементами для создания двумерных, атомарно тонких транзисторов. На сегодняшний день усилия научных коллективов в этой области направлены на изучение закономерностей выращивания слоев graphene/h-BN на подложках [1].

В настоящей работе методами растровой электронной (РЭМ) и высокоразрешающей просвечивающей (ВРЭМ) микроскопии изучались образцы, представляющие собой атомные слои graphene/h-BN на вицинальной подложке 6H-SiC(0001). Для их получения сначала формировался графен путем сублимирования атомов кремния при температуре 1600 °С, а затем на нем эпитаксиально выращивался h-BN при 850 °С. Электронно-микроскопические исследования таких структур проводились на растровом электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650 и просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200.

На рис. 1 приведено РЭМ-изображение поверхности образца, на котором видны темные (1) и светлые (2) области. В этих областях были обнаружены включения (наночастицы), характеризующиеся повышенной интенсивностью.

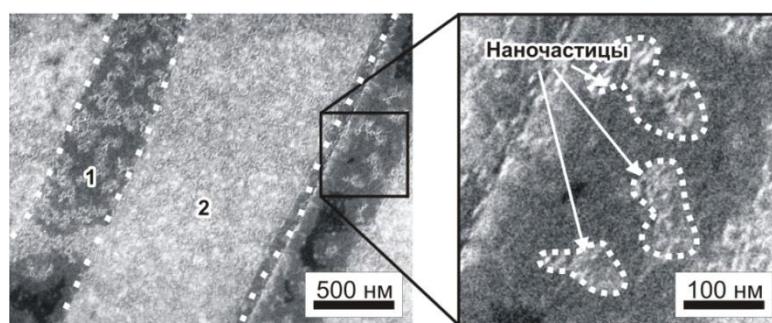


Рис. 1. РЭМ-изображение поверхности образца со слоями graphene/h-BN.

Для электронно-микроскопических исследований атомарного строения плоскостей graphene/h-BN приготавливался образец поперечного сечения методом In-Situ Lift-Out [2]. Сопоставление данных методов РЭМ и ВРЭМ осуществлялось путем формирования особого участка, который создавался во время получения слоя платины (Pt). Он последовательно осаждался сначала электронным зондом (Pt-e), а затем, с небольшим перекрытием, ионным пучком (Pt-i). В сформированном особом участке образца происходил растрав поверхности подложки вблизи границы слоев Pt-e/Pt-i, что позволило сопоставить РЭМ- и ВРЭМ-изображения друг с другом.

В результате экспериментов получено 180 ВРЭМ-микрофотографий, которые соединялись между собой и соотносились с РЭМ-изображением. Это позволило связать особенности, наблюдаемые на поверхности образца с их атомарной структурой. Показано, что атомные ступени подложки локализованы в темных областях (рис. 2а, 2б), а в их окрестности плоскости graphene/h-BN практически не изгибаются. В светлых областях (рис. 2в, 2г) слои graphene/h-BN имеют изгибы. Также установлено, что наблюдаемые наночастицы образованы аналогичными изогнутыми плоскостями.

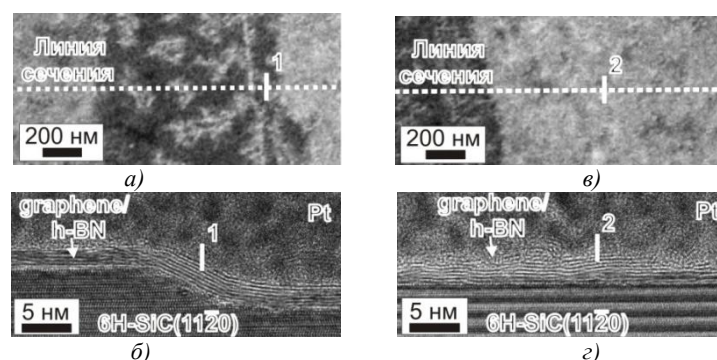


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхности образца в темной а) и светлой в) областях и соответствующие им электронно-микроскопические микрофотографии (б, г).

Таким образом, благодаря примененной процедуре приготовления образца и совместному применению методов РЭМ и ВРЭМ показано, что атомные слои graphene/h-BN вблизи ступеней подложки практически плоские, а вдали от них наоборот наблюдаются их изгибы. Подобные изгибы, по-видимому, обуславливают более интенсивную генерацию вторичных электронов и возникновение светлых областей на РЭМ-изображениях.

1. M. Heilmann, M. Bashouti et. al. 2-D Materials, (2018), 5, 1–11.
2. L.A. Gianuzzi, J.L. Drown et.al. Microsc. Res. Tech, (1998), 71, 285-290.

Дифракционные методы исследования атомной структуры аморфных металлических сплавов в процессах релаксации и кристаллизации

Пустовалов Е.В.¹, Модин Е.Б.¹, Федорец А.Н.¹, Ткачев В.В.¹, Грабчиков С.С.², Плотников В.С.¹

¹Дальневосточный федеральный университет, 690950, г.Владивосток, Суханова 8, Россия

²Объединенный институт ФТТИП НАН Беларуси, 220072, г. Минск, П.Бровки 19, Беларусь

Развитие методов получения аморфных и нанокристаллических металлических сплавов (АМНС) позволяет создавать объекты с высокой технологической готовностью, например, быстрая закалка и получение АМНС в виде ленты оптимально для создания наборных магнитопроводов, изделия из массивных АМНС готовы для применения практически сразу после отливки. Для покрытия АМНС поверхностей сложной конфигурации применяются методы электрохимического и электролитического осаждения. Совершая очередной виток, интерес ученых вновь возвращается к исследованию сплавов, принадлежащих к одному из наиболее перспективных классов, – классу металлических твердых тел с аморфной структурой, уже на новом уровне развития методов, науки и техники. Неравновесность аморфного состояния, множество метастабильных конфигураций структуры ее многомасштабность, все это обуславливает сложность исследований структуры и свойств АМНС.

Объектами исследования были выбраны АМНС сплавы на основе кобальта, полученные одновалковым спиннингом и электролитическим осаждением. Дифракционные исследования проводились на электронном микроскопе Libra 200 FE при ускоряющем напряжении 200 кВ с фильтрацией неупругорассеянных электронов. Нагрев выполнялся в колонне микроскопа при температурах 150-350С со скоростями от 1 до 10 град/мин. Авторское программное обеспечение осуществляло управление нагревом образца и регистрацией картин дифракции. За один эксперимент мы получали до 900 картин дифракции. Для вычислений функции радиального распределения атомов использовался пакет RDTTools [1] для программы DigitalMicrograph [2].

В исходном состоянии сплавов электронная дифракция от выбранного участка (SAED) имеет 2-3 диффузных кольца,

соответствующих периодам структуры 0,2, 0,11 и 0,08 нм. При нагреве сплавов на картинах дифракции начинают проявляться кольца, или т.н. «предпики», показывающие появление когерентно рассеивающих областей с повышенной степенью порядка и в конечном итоге нанокристаллы. На картинах электронной дифракции сплава CoP после нагрева до 150 С. присутствуют кольца: 4; 5; 6,7; 8,3и 12,4 1/нм. Расчет функции радиального распределения атомов выполнялся для состава $Co_{80}P_{20}$ с удельной плотностью сплава $8 \cdot 10^3$ кг/м³. Детальный анализ функций $G(r)$ и $J(r)$ показывает наличие атомов в структуре на расстояниях 0,25; 0,35; 0,42 и 0,49 нм с координационными числами 11,2; 4,6; 24,0; 24,7 соответственно. Ширина первой координационной сфер (на половине высоты) 0,046 нм. Радиусы координационных сфер хорошо согласуются с данными для структуры кобальта в кубической и гексагональной модификации. Высокие координационные числа третьей и четвертой координационной сферы позволяют говорить о преимущественно кубической структуре локального окружения атомов сплава CoP.

В отличие от сплава CoP, отжиг сплавов системы CoNiP приводит к размытию первой координационной сферы (уширение первого пика), что обусловлено появлением соединений Ni-P с расстояниями между атомами в диапазоне 0,21 – 0,28 нм. Увеличивается радиус второй координационной сферы с 0,33 до 0,36 нм, разброс радиусов третьей координационной сферы уменьшается, а четвертая КС начинает расщепляться на две.

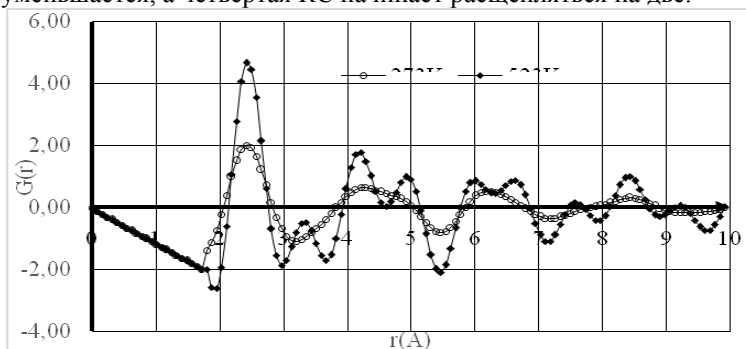


Рис.1 Изменение функции радиального распределения атомов при нагреве сплава CoP.

1. D. R. G. Mitchell and T. C. Petersen // Microsc. Res. Tech. 2012. – Vol.75, Iss.2. – P.153-163.
2. Gatan Microscopy Suite Software, режимдоступа <http://www.gatan.com/products/tem-analysis/gatan-microscopy-suite-software>

Морфология нитевидных кристаллов теллура

М.Р. Рабаданов, И.М. Шапиев, А.М. Исмаилов,

М.Х. Рабаданов, И.Ш. Алиев

ФГБОУ ВО «Дагестанский государственный университет»

Метод термического вакуумного напыления является первым, и до сих пор наиболее часто используемым методом синтеза тонких пленок Те. Известно, что паровая фаза теллура состоит не из атомов Те, а из двухатомных молекул Te_2 (энергия диссоциации равна 2,3 эВ). Это является основным препятствием на пути получения пленок теллура с высоким структурным совершенством термовакuumным методом (подвижность атомов Te_2 на ростовой поверхности низка при температурах подложки $T < T_{\text{пл}} = 452^\circ\text{C}$).

Нами предложен новый метод (метод термохимической активации) получения эпитаксиальных пленок теллура с высоким структурным совершенством, не уступающим объемным монокристаллическим образцам [1,2]. Отличительной особенностью метода является использование молекулярного водорода (H_2) для термохимической активации процесса кристаллизации, что позволяет обеспечивать атомарный состав газовой фазы теллура. Процесс кристаллизации допускает регулирование пересыщения в системе в широких пределах за счет изменения технологических параметров роста (давление водорода в системе, температура зоны тигля T_2 и подложки T_1 , перепад температуры между зонами $\Delta T = T_2 - T_1$). Такая возможность позволяет проводить процесс кристаллизации как в равновесных условиях, так и в условиях, далеких от равновесия. Морфология осадка теллура, представленная на рисунке 1а, состоит из хорошо ограненных микрокристаллов. Она свидетельствует о протекании процесса кристаллизации в системе «пар-кристалл» в равновесных условиях.

Хорошая управляемость процесса кристаллизации позволила выбрать оптимальные технологические режимы роста нитевидных кристаллов (НК) теллура (сплошных и полых) с заданными геометрическими размерами: длина, диаметр, толщина стенки (рис. 1 б, в, г). Характерные размеры НК Те: диаметр – 1-100 мкм, длина – 10 мкм-1см. Максимальная скорость роста НК ~200 мкм/мин.

Известно, что равновесная форма кристалла определяется свободной энергией его граней: в равновесных условиях грани кристалла растут со скоростями пропорциональными их поверхностным энергиям [3]. Из кристаллохимической особенности структуры теллура следует, что силы связи вдоль оси С, а следовательно, и свободная энергия базисной плоскости (001) в несколько раз больше, чем соответствующие значения для призматических плоскостей {100}. Существенная разница в величине свободной поверхностной

энергии между базисной и призматической плоскостями приводит к росту кристалла в форме вытяженных вдоль оси С гексагональных призм – нитевидных кристаллов [4].

В работе предложен механизм, объясняющий высокие скорости роста НК Те (200 мкм/мин). Обсуждаются перспективы применения как одиночного НК Те, так и их массива для изготовления приборных структур на их основе.

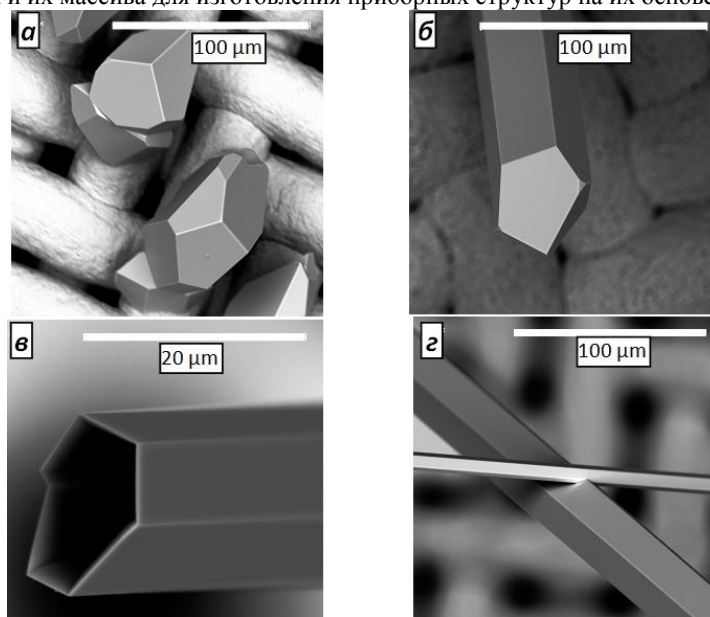


Рис. 1. РЭМ-изображения конденсата теллура, полученного методом термохимической активации: а - микрокристаллы теллура; б - сплошной НК Те; в - полый НК Те; г - НК Те разного диаметра.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-02-00808

1. Рабаданов Р.А., Исмаилов А.М., Шапиев И.М. Патент RU № 2440640 С1 (Заявка № 2010145899/28, приоритет от 10.11.2010).
2. Исмаилов А.М., Шапиев И.М., Рабаданов М.Х., Алиев И.Ш. Письма в ЖТФ, 2015, 41(2), 64-69.
3. Мейер К. Физико-химическая кристаллография. М.: Металлургия. 1972. 480 с.
4. Christopher J. H., Brian R. B., Guanman C. at al. Crystal Growth & Design, 2012, 12, 2789-2793

Электронная нанотомография в анализе объемной структуры композиционных материалов на основе ПММА и углеродных волокон с нанотрубками

А.Ю. Рашковский¹, Т.Г. Дмитриева¹, А.В. Радугин², И.Н. Крупатин¹,
А.П. Рыжов¹

¹ООО «СИСТЕМЫ ДЛЯ МИКРОСКОПИИ И АНАЛИЗА», 121353, Москва,
Сколковское шоссе, д. 45, офис 20

²ООО «Углерод Чг», пр-т Академика Семенова, д.1., М.О., г. Черноголовка

Формирование необходимых потребительских характеристик, таких как механическая прочность, электро- и теплопроводность, при создании композитных материалов на основе полиметилметакрилата (ПММА) и углеродных волокон из нанотрубок (УНТ) требует контроля объемного распределения упрочняющего наполнителя и дефектов микроструктуры.

Целью работы является разработка методики объемной визуализации морфологии, а так же измерению концентрации углеродных волокон для подбора оптимального гранулометрического состава и концентрации наполнителя с применением метода электронной нанотомографии на образцах ПММА-УНТ с номинальными концентрациями наполнителя в 5,10,15,20 и 30 об. %.

Для полимерных материалов с матрицей на основе ПММА варьирование ускоряющего напряжения в диапазоне от 1,18 кВ до 4,67 кВ с применением автоматизированного алгоритма настройки параметров работы микроскопа FEI Teneo, реализованный в ПО MAPS 2.2, позволяет последовательно регистрировать РЭМ-изображения все более глубоких приповерхностных слоев на глубине от 10 нм до 100 нм с шагом до 3 нм. В основе метода лежит физический принцип изменения объема взаимодействия электронов (глубины проникновения первичных электронов и глубины эмиссии регистрируемых вторичных электронов) в приповерхностных слоях образца в зависимости от величины ускоряющего напряжения первичного электронного зонда[1].

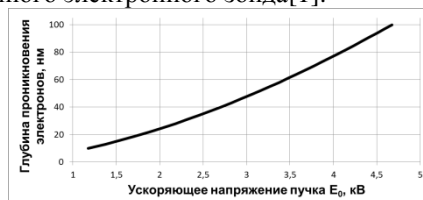


Рис. 1. Глубина проникновения электронов используемая при томографировании объема полимера.

Обработка получаемых таким образом наборов из нескольких десятков изображений глубинных слоев образца с применением алгоритма покадрового выравнивания (регистрации) и обратной свертки, реализованном в ПО FEI Amiga, позволяет реконструировать объем материала и проводить дальнейший количественный анализ распределения морфометрических параметров отдельных волокон: объемная доля, размер отдельных пучков и единичных волокон УНТ, распределение дефектов и их локализацию, площадь поверхности контакта углеродное волокно-матрица.

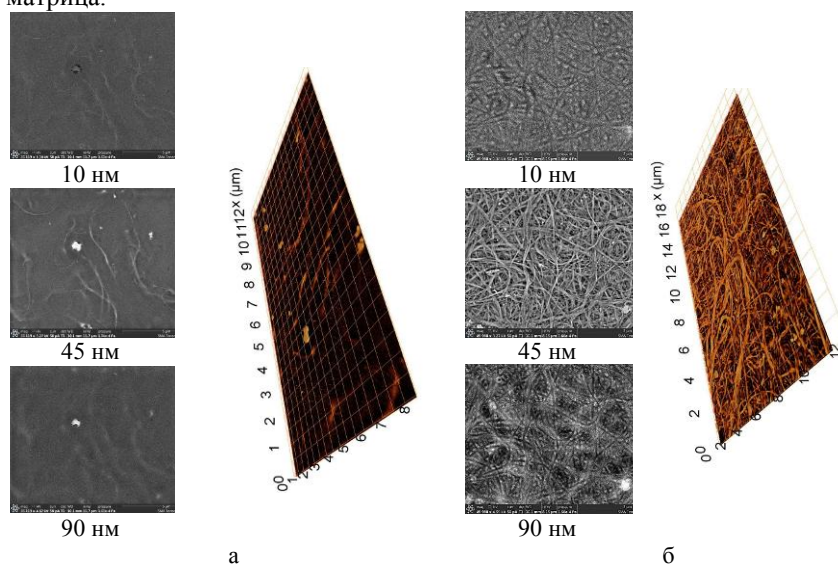


Рис. 2. Объемная структура приповерхностных слоёв композитного материала с а) 5 Об. % наполнителя и б) 30 Об. % наполнителя.

Из полученных данных было выявлено отсутствие микро- и нанопористости в образцах, а так же определены средняя длина и диаметр волокон УНТ.

Выявленные структурные особенности композитных материалов на основе полиметилметакрилата (ПММА) и углеродных волокон из нанотрубок (УНТ) позволяют сделать предположения о повышенной механической прочности при концентрации углеродных волокон в диапазоне 15-20 об. % за счет наибольшего значения площади поверхности контакта УНТ и полимерной матрицы.

1. Л. Фельдман, Д. Майер *Основы анализа поверхности и тонких плёнок*, Москва «Мир» 1989, стр 130-133.

Применение методов РЭМ, ДСК, РСМА для исследования структуры гомо- и сополимеров тетрафторэтилена, обработанных в сверхкритических диоксиде углерода и перфтороктане

Н.В. Садовская¹, С.А. Хатипов², М.С.Кондратенко³, М.А. Архипов⁴, В. М. Бузник⁵

¹Научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова, 105064 Москва ул. Воронцово поле д.10.

²Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 11934 Москва ул. Вавилова д.28

³Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 Москва Ленинские горы, д.1

⁴ООО «Минерал», г. Александров Владимирской обл., Россия,

⁵Всероссийский институт авиационных материалов, 105005 Москва ул. Радио д.17

Гомо- сополимеры тетрафторэтилена (ТФЭ) широко используются в промышленности. Для придания им требуемых свойств в отечественной и зарубежной практике в настоящее время используется два основных подхода: введение наполнителей и радиационное модифицирование. В настоящей работе развивается подход, связанный с модифицированием структуры гомо- и сополимеров ТФЭ в сверхкритических средах, позволяющий достичь более высоких функциональных показателей и обладающий технологическими преимуществами с точки зрения экологии, производительности и себестоимости.

Гомополимер ТФЭ (ПТФЭ) и сополимеры ТФЭ с перфторпропиловым эфиром (ПФПЭ) в исходном состоянии в отличие от большинства полимеров, формирующих поликристаллические сферолиты (диаметром порядка 1 мкм), образуют крупные поликристаллические ламели (толщиной 0.2-1 мкм), обладающие низкой прочностью на сдвиг вдоль направления ориентации цепей. Радиационное модифицирование ПТФЭ и сополимеров ТФЭ с ПФПЭ позволяет блокировать процессы деформирования ламелей за счет изменения надмолекулярной структуры (НМС), вплоть до перехода от ламеллярной к сферолитной упаковке макромолекул (и фибрилл). Недостатком метода является существенное снижение молекулярной массы M_w полимера.

Целью настоящей работы является исследование надмолекулярной структуры ПТФЭ и сополимеров ТФЭ с ПФПЭ после их экспонирования в сверхкритических диоксиде углерода (скCO₂) и перфтороктане (ПФО).

Объекты исследования.

- 1) Ф4 – образцы блочного спеченного ПТФЭ, изготовленные из порошка марки ПН методом одноосного прессования с последующим спеканием;
- 2) Ф4PM20 – образцы Ф4, облученные γ -квантами Co-60 при температуре выше точки плавления кристаллической фазы дозой 200 кГр;
- 3) Ф4НТД – образцы низкомолекулярного тонкодисперсного ПТФЭ;
- 4) Ф4М2 – сополимер ТФЭ с ПФПЭ (<1%);
- 5) Ф50 – сополимер ТФЭ с ПФПЭ (~2%).

Методы и приборы. Обработку в сверхкритическом диоксиде углерода (скСО₂) и перфтороктане (скПФЭ) проводили при температуре выше точки плавления фторполимеров в течение 24 часов. Морфологию полученных в жидком азоте сколов полимерных образцов исследовали методом РЭМ. Использовали сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM 7500F фирмы JEOL. Элементный состав контролировали методом РСМА. С этой целью использовали аналитическую приставку к JSM 7500F – энергодисперсионный микроанализатор INCA Penta FET-x3 фирмы OXFORD INSTRUMENTS. Для анализа кристаллической структуры полимеров (переходов плавление/кристаллизация), использовали метод ДСК (прибор DSK 204 F1 Phoenix) фирмы Netzsch.

Результаты и выводы.

Обработка ПТФЭ в СКФ при температуре выше температуры плавления приводит к уменьшению M_w из-за разрыва С-С-связей.

Пластификация полимера в СКФ ведет к реорганизации надмолекулярной структуры:

- увеличению кристалличности и образованию ламеллярных сферолитов в ПТФЭ (рис. 1а)
- увеличению кристалличности и образованию фибриллярных сферолитов в сополимерах ТФЭ и ПФПЭ (<1%) (рис. 1б, в).

На основе СКФ-обработки могут быть разработаны зеленые технологии:

- получения низкомолекулярных фторполимерных добавок в реактопласты и полимерные композиты,
- модифицирования структуры ПТФЭ и сополимеров ТФЭ для улучшения макроскопических свойств,
- получения пористых фторполимерных материалов

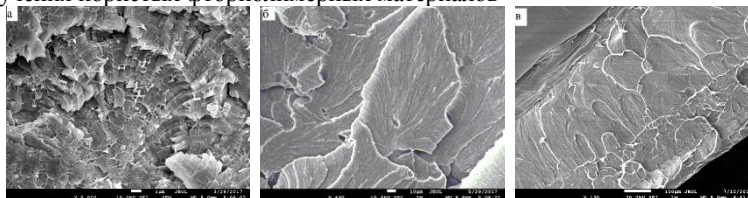


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхностей сколов фторполимерных

Структура полифталоцианинов железа, кобальта, никеля и хрома

Д.М. Седловец, В.И. Корепанов, И.И. Ходос

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов
РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

На волне интереса к двумерным материалам тонкие пленки проводящих полимеров активно исследуются научным сообществом. Перспективными для науки и технологии являются проводящие полимеры полифталоцианины (ПФЦ) – уникальный класс элементоорганических соединений [1]. Являясь аналогом графена, они имеют сопряженную электронную структуру и обладают уникальными электронными свойствами, не присущими графену. В частности, конечной шириной запрещенной зоны [2], выраженными магнитными свойствами [3] и высокой каталитической активностью [4]. Поэтому разработка метода прямого синтеза тонких плёнок ПФЦ способна значительно повлиять на развитие материальной базы микроэлектроники и информационных технологий.

Основная трудность создания прикладных устройств на базе ПФЦ состоит в том, что эти полимеры не растворимы ни в каких растворителях, а также практически не поддаются плавлению и испарению. Поэтому стандартные технологии получения тонких пленок (такие как центрифугирование, распыление, термическое испарение) для данного класса материалов не работают. Вследствие этого применение ПФЦ до настоящего времени было ограничено из-за отсутствия технологии получения тонких пленок.

В нашем коллективе была разработана технология получения двумерных ПФЦ методом газофазного синтеза на свертонком (5-10 нм) слое металла (Fe, Co, Ni, Cr). По данным просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) пленка обладает высокой степенью упорядоченности. Данные, полученные с помощью ИК и КР спектроскопии хорошо согласуются с результатами ПЭМ. В работе показано, что электронные дифрактограммы полимеров позволяют получить сведения, необходимые для интерпретации спектральных измерений.

- [1]. *Wöhrle D. Phthalocyanines in macromolecular phases: methods of synthesis and properties of the materials // Macromolecular rapid communications - 2001. - V. 22. - N. 2. - P. 68-97.*

- [2]. *Epstein A., Wildi B.S.* Electrical Properties of Poly-Copper Phthalocyanine // The Journal of Chemical Physics - 1960. - V. 32. - N. 2. - P. 324-329.
- [3]. *Cho W.J., Cho Y., Min S.K., Kim W.Y., Kim K.S.* Chromium porphyrin arrays as spintronic devices // Journal of the American Chemical Society - 2010. - V. 133. - N. 24. - P. 9364-9369.
- [4]. *Hara T., Ohkatsu Y., Osa T.* Catalytic activity of metal polyphthalocyanines in autoxidation reactions // Bulletin of the Chemical Society of Japan - 1975. - V. 48. - N. 1. - P. 85-89.

ПОРИСТЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТАХ

Соколов В.Н.¹, Разгулина О.В.¹, Чернов М.С.¹, Комлев Д.И.²

¹ Геологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

² Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Россия

Система имплантат - костная ткань — это сложный вариант композиционного материала. Граница раздела в этой системе формируется при врастании новой костной ткани в поверхность имплантата. Плазменные покрытия с пористой биоактивной структурой оптимальный вариант организации поверхности имплантата. Авторы выполнили анализ поверхности плазменного трехмерного капиллярно-пористого (ТКП) Ti покрытия, состоящего из гребней и впадин (рис. 1, а, б, в), с дополнительным биоактивным покрытием гидроксиапатита (ГА), сформированным микроплазменным оксидированием (МПО). Экспериментальные исследования проведены с помощью компьютерного рентгеновского микротомографа (μ КТ) и растрового электронного микроскопа (РЭМ). Растровой электронной микроскопией анализировали открытую пористость этих композиционных покрытий. Размер впадин в продольном направлении в среднем составляет 3890 мкм, а в поперечном направлении в среднем составляет 440 мкм. Пористость ТКП Ti покрытия за счет впадин составляет 43%. Дополнительный вклад в пористость (около 7%) вносят микропоры на поверхности гребней ТКП Ti покрытий (рис. 1 б). Размер пор в стенках гребней лежит в пределах от 1 до 150 мкм. После МПО размер впадин уменьшился в продольном направлении до 2180 мкм, а в поперечном направлении до 380 мкм. При МПО дополнительные округлые поры с размерами от 0,08 до 1 мкм формируются на гладких поверхностях гребней (рис. 1 г). Наличие макро- и микропор с размером 0,08 - 600 мкм делает ТКП Ti покрытия перспективными для применения в ряде областей, в том числе для процесса теплообмена при смене агрегатного состояния хладагента.

Количественный микроморфологический анализ поверхности ТКП Ti покрытий проводился по комплексу РЭМ и μ КТ данных. Анализ кривых распределения относительной площади пор по эквивалентным диаметрам позволяет выделить в поровом пространстве ТКП Ti покрытий не менее 3 основных категории пор: 1-6 мкм – 20% от общей площади пор, 6-30 мкм –

39 % от общей площади пор, 30-150мкм – 41% от общей площади пор. Для ТКП Ti+GA МПО покрытий анализ кривых распределения относительной площади пор по эквивалентным диаметрам позволяет выделить примерно 4 категории пор: 0,08-2,4мкм – 71,5% от общей площади пор, 2,4-9,0мкм – 7,6% от общей площади пор, 9,0-73,6мкм – 14,1% от общей площади пор, 73,6-118,1мкм – 6,8% от общей площади пор. Результаты количественного анализа пор и пористости ТКП Ti и ТКП Ti+GA МПО покрытий представлены в таблице. Размеры микропор в ТКП Ti покрытии лежат в интервале от 1 до 150мкм, а для покрытия ТКП Ti+GA МПО в интервале от 0,08 до 118 мкм.

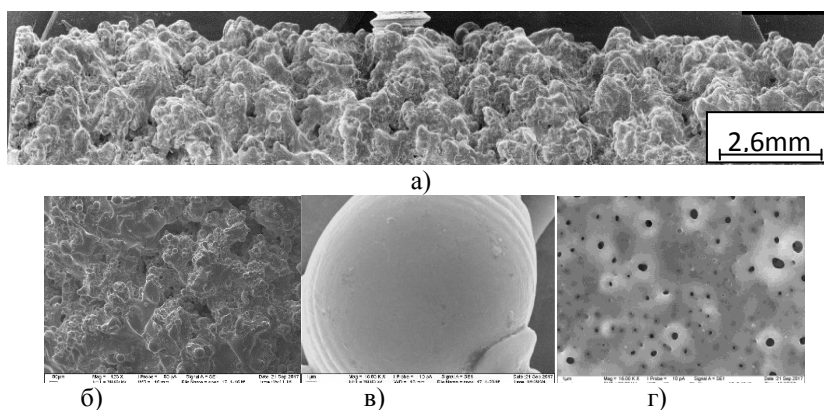


Рис. 1. Структура поверхности покрытий: (а, б, в) ТКП Ti, (г) – ТКП Ti+GA МПО.

Характеристики пористости покрытий

Таблица

2. Объект изучения	3. Пористость, %	4. Размер пор, мкм			5. Фактор формы пор
		6. Длина	7. Ширина	8. Эквивалентный диаметр	
9. ТКП Ti, впадины	10. 33,46	11. 3890	12. 440	13.	14. 0,12
15. ТКП Ti, гребни	16. 2,08	17. -	18. -	19. 1-150	20. 0,27

21. Т КП Ti+GA МПО, впадины	22. 32,00	23. 2 180	24. 38 0	25.	26. 0, 24
27. Т КП Ti+GA МПО, гребни	28. 7,28	29. -	30. -	31. 0,08- 118	32. 0, 56

На основании анализа РЭМ изображений установлено, что наибольший вклад в общую площадь микропор в ТКП Ti покрытия дают три группы пор со средним размером 4 мкм, 12 мкм и 80 мкм. Поры со средним размером 0,7 мкм дают наибольший вклад в общую площадь пор покрытия ТКП Ti+GA МПО.

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда, проект №15-19-00078. В качестве аппаратной базы для исследований применялись РЭМ LEO 1450VP (Германия) и мКТ Yamato TDM 1000H-II (Япония), приобретенных в рамках реализации Программы развития Московского университета.

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СУПЕРИОННОГО ПРОВОДНИКА $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$ СО СТРУКТУРОЙ ФЛЮОРИТА

Н.И. Сорокин¹, А.Л. Васильев^{1,2}, Б.П. Соболев¹

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва

E-mail: sorokin1@mail.ru; тел. (495) 330-78-74; факс (499) 135-10-11

²РНЦ «Курчатовский Институт», Москва

Монокристаллы $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($M = \text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca}$; $R - \text{PЗЭ}$) со структурой флюорита (пр. гр. $Fm \bar{3} m$) обладают высокой фтор-ионной проводимостью $\sim 10^{-2}$ См/см при 500 К. В [1] на основании исследования флюоритовых фаз $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ с $R = \text{Yb}, \text{Lu}$ методом электронной микроскопии высокого разрешения сделан вывод, что они относятся к наноструктурированным материалам. Ранее этим методом изучение кристаллов семейства флюоритовых фаз $\text{Sr}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ не проводилось. В данной работе выполнено электронно-микроскопическое исследование монокристалла $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$, представляющего семейство флюоритовых фаз на основе матрицы SrF_2 (прибор JEOL JEM 4000EX, напряжение 400 кВ, разрешение по точкам 0.17 нм). Образец приготавливали ионным травлением. Изображение высокого разрешения для кристалла $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$ приведено на рис. Наблюдаются области муара с периодом ~ 3 нм, которые соответствуют периодическому изменению постоянной решетки в объеме образца (структурно-композиционная неоднородность). Это указывает, что наряду с областями с относительно высоким структурным совершенством (матрица SrF_2) существуют области с высокой концентрацией дефектов, имеющих примесную природу ("дефектные области"). Согласно [2] в кристаллах $\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$ "дефектные области" представляют собой тетраэдрические кластеры La_4F_{26} нанометровых размеров, образованные ионами La^{3+} (в позициях $4a$ пр. гр. $Fm \bar{3} m$), междоузельными ионами F_i^- (в позициях $32f$) и фторными вакансиями V_F^+ (в позициях $8c$). Наличие протяженных границ между нанометровыми кластерами, приводящие к образованию подвижных дефектов и структурным релаксациям в анионном мотиве, определяют резкое увеличение у кристаллов $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$ фтор-ионной проводимости: $\sigma(\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35})/\sigma(\text{SrF}_2) = 10^8 - 10^{10}$ при 500 К.

Рис. Электронно-микроскопическая фотография монокристалла $\text{Sr}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$.

[1] Соболев Б.П., Голубев А.М. и др. // Кристаллография. 2003. Т.48. №1. С.148.

[2] Мурадян Л.А., Максимов Б.А. и др. // Кристаллография. 1986. Т.31. №2. С.248.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 07-02-01145-а.

Синтез и структура нанокристаллов кубического углерода C_8

Н.С. Сухина¹, И.И. Ходос², А.А. Жохов¹, В.М. Масалов¹,
И.И. Зверькова¹, С.С. Хасанов¹, Г.А. Емельченко¹

¹Институт физики твердого тела РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

²Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Среди большого количества углеродных фаз, активно исследуемых последние годы (графен, фуллерен, углеродные нанотрубки, алмаз), существует редко встречающаяся фаза – C_8 , которая имеет плотность больше, чем у алмаза. Впервые эта фаза была обнаружена в углеродных пленках, полученных при конденсации потоков углеродной плазмы в вакууме [1]. К настоящему времени появились несколько работ по получению нанокристаллов (НК) фазы C_8 . В работе [2] нанокристаллы C_8 были синтезированы при лазерной абляции аморфной углеродной пленки под слоем воды. Углеродные квантовые точки со структурой фазы C_8 диаметром около 2 нм синтезированы при низкотемпературной карбонизации сахара в олеиновой кислоте [3]. В [4] НК фазы C_8 и алмаза синтезировали гидротермальным методом. Дальнейшее изучение условий синтеза фазы C_8 , ее структуры и свойств является важным и перспективным направлением исследований, учитывая особенности структуры и потенциально уникальные свойства этой фазы.

В данной работе предложен новый простой способ синтеза кубических нанокристаллов фазы C_8 . Нанокристаллы (НК) кубического углерода C_8 синтезировали путем карбонизации и осаждения паров антрацена на различные подложки.

На рис. 1а представлено ПЭМ-изображение образцов после диспергирования в спиртовом растворе углеродной пленки, осажденной на сапфировой подложке. Синтезированный углерод C_8 представляет собой пластинчатые нанокристаллы (НК) с размерами от 5 нм до 25 нм.

Дифракционная картина на рис. 1б подобна приведенным в работах [3,4]. Расчитанные межплоскостные расстояния (Таблица 1) соответствуют ОЦК решетке с параметром элементарной ячейки $a = 4.08$ (0.02) Å. Аналогичный результат показал анализ ПЭМ-изображений прямого разрешения решетки.

Дальнейшее развитие предложенного способа получения НК даст возможность синтеза новых углеродных наноматериалов.

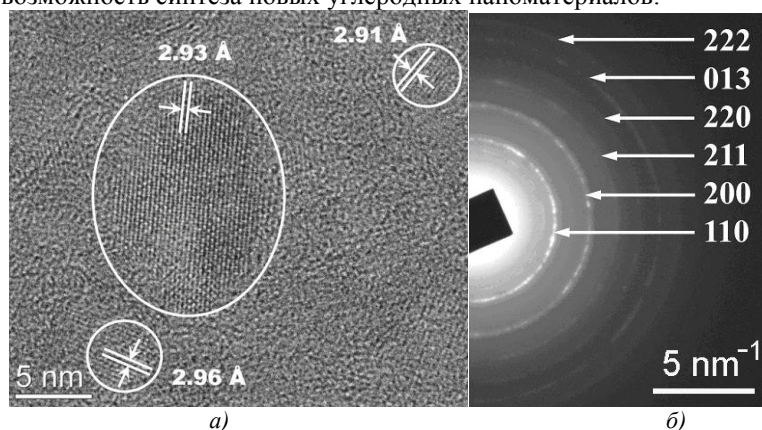


Рис. 1. (а) ВРПЭМ изображение НК C_8 ; (б) электронограмма НК C_8 . На рис.а измеренные межплоскостные расстояния соответствуют плоскостям {110}.

Таблица 1. Межплоскостные расстояния в углеродной фазе C_8

hkl	$d, \text{Å}$ <i>exp.</i>	I <i>exp.</i>	$d, \text{Å}$ C_8 <i>PDF 72-2091</i>	I, C_8 <i>PDF 72-2091</i>
110	2.90	Оч. сильная	3.02642	999
200	2.04	Сильная	2.14000	473
211	1.67	Слабая	1.74730	45
220	1.44	Слабая	1.51321	44
013	1.29	Слабая	1.35345	199
222	1.18	Слабая	1.23553	3

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-29-06164 офи-м с использованием оборудования Центра коллективного пользования в г. Черноголовка.

1. Н.Н. Матюшенко, В.Е. Стрельницкий, В.А. Гусев, Письма в ЖЭТФ, 1979, 30, 218-221.

2. P. Liu, H. Cui and G. W. Yang, Cryst. Growth Des., 2008, 8, 581.

3. X. Chen, W. Zhang, Q. Wang and J. Fan, Carbon, 2014, 79, 165.

4. W. Zhang, B. Fan, Y. Zhang and J. Fan, CrystEngComm, 2017, 19, 1248.

Сканирующая электронная микроскопия и оптические свойства в нанопористом оксиде алюминия

Томаев В.В.^{1,3,4}, Полищук В.А.², Пщелко Н.С.¹, Васильев Е.А.³

¹ - Военная академия связи имени С.М. Будённого, 194064, г. Санкт-Петербург

² - Санкт-Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, 197101, г. Санкт-Петербург

³ - Санкт-Петербургский горный университет, 199106, г. г. Санкт-Петербург

⁴ - Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, г. Санкт-Петербург

Методом электрохимического анодирования в водном растворе серной кислоты на поверхности алюминия получены пористые пленки оксида алюминия.

Морфология поверхности оксида алюминия исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии.

Методами Рамановской и ИК спектроскопии исследованы оптические свойства пористого оксида алюминия.

На рис. 1 приведены микрофотографии поверхности скола и лицевой стороны оксидированного на переменном токе поверхности алюминия, которые были получены с помощью сканирующего электронного микроскопа Merlin (Karl Zeiss, Германия).

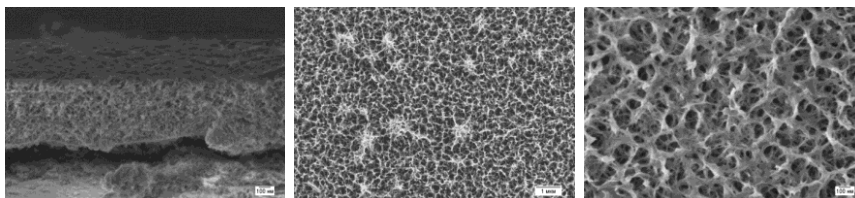


Рис. 1. Морфология оксидированной поверхности алюминия на переменном (верхний ряд) и постоянном (нижний ряд) токах.

Здесь: а – поверхности скола на переменном и постоянном токах соответственно; б – лицевая поверхность при малом увеличении (линейка, 1 мкм); в – лицевая поверхность при большем увеличении (линейки, 100 и 50 нм).

Оксидная структура, полученная на переменном токе и представленная на рис. 1 имеет достаточно рыхлую структуру, содержит много пустот, объем оксида алюминия по отношению к пустому пространству весьма значительный. Такая рыхлая структура на основе оксида алюминия с

армирующими элементами, имеющими одномерные нанометровые размеры, и привитая к поверхности алюминия может быть перспективным сенсорным материалом.

На рис. 2а и 2б приведены Рамановский и ИК спектры отражения поверхности оксидированного на переменном токе поверхности алюминия, которые были получены с помощью Рамановского спектрометра Renishaw (BRUKER) и ИК спектрометра VERTEX 70 (BRUKER) соответственно.

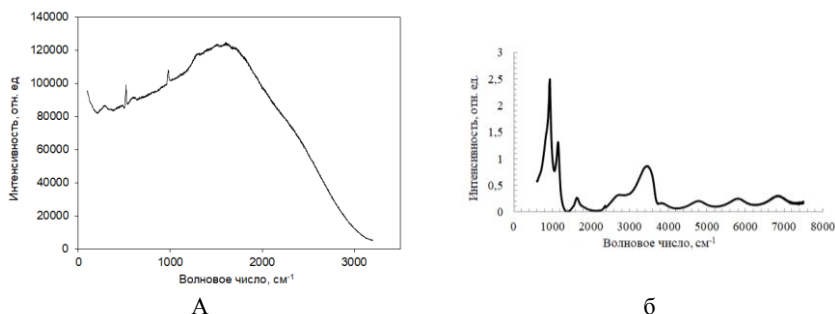


Рис. 2. Оптические спектры (Рамановский – а; ИК – б) поверхности оксидированного на переменном токе поверхности алюминия.

Предварительный анализ результатов оптических измерений показывает наличие в ИК спектрах, характерных полос принадлежащих оксиду алюминия [1,2]. Сравнение Рамановских спектров с литературными данными, также подтверждает высокое содержание оксида алюминия и содержание соответствующих резонансных пиков относящихся к фазе Al_2O_3 [1].

Так, в работе [1], сообщается о наличии характерного максимума в ИК спектрах пористого Al_2O_3 наблюдаемого в интервале длин волн 900 - 925 cm^{-1} , и что может быть связано с колебаниями связи Al-O, составляющей $\sim 20 cm^{-1}$, как отмечают другие авторы, этот сдвиг может возникнуть из-за пористости пленок [2].

1. D. Tenciu, C.R. Iordanescu, R. Savastru, I.D. Feraru, A.Kiss, C.N. Zoita, R. Notonier, A. Tonetto, M. Euraud, O. Monnereau, L. Toretod, C.E.A. Grigorescu, S. Antone. Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures (2012) 7, 393 – 397.

2. V.P. Tolstoy, I.V. Chernyshova, V.A. Skrishevsky, Handbook of infrared spectroscopy of ultrathin films, Wiley – Interscience, John Wiley & Sons, Inc., 227 (2003).

Сканирующая электронная микроскопия и плазмонный резонанс в наночастицах цинка

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

¹ - Военная академия связи имени С.М. Будённого, 194064, г. Санкт-Петербург

² - Санкт-Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, 197101, г. Санкт-Петербург

³ - Санкт-Петербургский горный университет, 199106, г. г. Санкт-Петербург

⁴ - Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, г. Санкт-Петербург

Отличительной особенностью оптических свойств наночастиц большинства металлов, и в особенности благородных (в частности, золота и серебра), а также «композитных» структур на их основе является наличие поверхностного плазмонного резонанса [1-5].

В работе исследованы наночастицы цинка, нанесенные методом магнетронного напыления на подложки из стекла и кварца. Интерес к данному материалу обусловлен тем, что в научной литературе содержится крайне мало сведений, связанных с получением и исследованием наночастиц цинка, и тем более с исследованием его плазмонных свойств.

На рис. 1а показана морфология пленки на кварцевом стекле (эффективная толщина $h_{\text{эф}}=20$ нм.), полученной при скорости напыления 15 нм/мин и токе распыления мишени 100 ма.

Там же приведены гистограммы распределения размеров островков (рис. 1б). Хорошо видны островки Zn округлой формы размером 10-50 нм. Средний размер зерен 33.1 ± 8.6 нм.

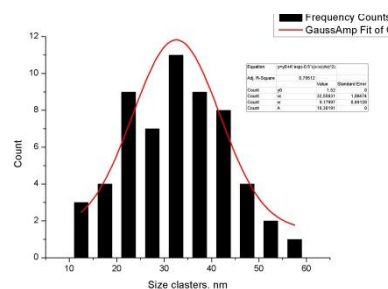
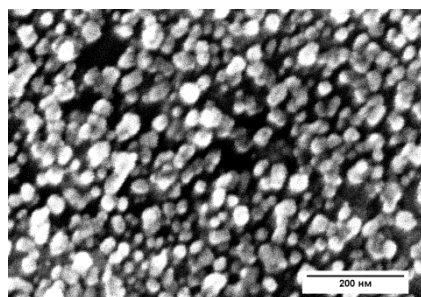


Рис. 1. Морфология пленки Zn на кварцевом стекле, с эффективной толщиной ~ 20

нм и гистограмма распределения островков на этой пленке.

На рис. 2 приведены спектры экстинкции $D(\lambda)$ пленок цинка пленки $h_{эф}$: 8, 18 и 30 нм, полученные на приборе СФ-46.

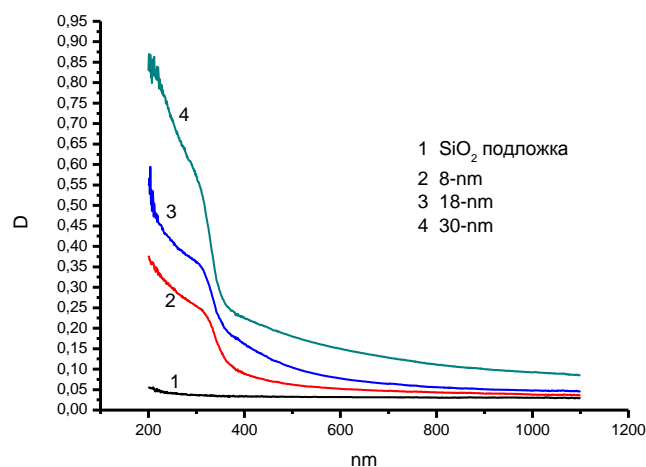


Рис.

2. Спектры экстинкции $D(\lambda)$ пленок цинка подложках кварцевого стекла при эффективных толщинах пленки $h_{эф}$: 8, 18 и 30 нм.

Видно, что для пленок пикплазмонного резонанса располагается около 300 нм. Из анализа оптических спектров можно сделать также вывод о том, что с увеличением эффективной толщины пленки, величина интегральной оптической плотности области плазмонных резонансов зависит от размеров островков Zn.

1. *J.J. Mock, D.R. Smith, and S. Schultz. Nano Lett., (2003), 3, 485-491.*
2. *S. Raza, W. Yan, N. Stenger, M. Wubs, & N.A. Mortensen. Optics Express, (2013), 21(22), 27344-27355.*
3. *C. Noguez. J. Phys. Chem. C (2007), 111, 3806-3819.*
4. *P. Englebienne, A. Van Hoonacker, M. Verhas. Spectroscopy, (2003), 17 255-273.*
5. *V. Amendola, O.M. Bakr, F. Stellacci. Plasmonics, (2010), 5, 85-97.*
6. *Э.И. Точицкий. Кристаллизация и термообработка тонких пленок. Минск, Наука и техника, 1976, 376 с.*

Исследование низкотемпературных структур LT-GaAs и LT-InGaAs методами электронной микроскопии.

И.Н. Трунькин¹, А.Л. Васильев^{1,2}, Г.Б. Галиев³, Е.А. Климов³, А.Н. Клочков³, С.С. Пушкарев³

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

2 Институт кристаллографии РАН, Москва Россия

3 Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН, Москва

Структуры LT-GaAs и LT-InGaAs полученные методом молекулярно-лучевой эпитаксии в низкотемпературном (LT) режиме (120–350°C), активно используются в качестве материалов фотопроводящих антенн – генераторов и детекторов электромагнитного излучения терагерцевого диапазона частот. После отжига в этих материалах могут образовываться преципитаты мышьяка. Эти материалы обладают высоким удельным сопротивлением, коротким временем жизни электронов и высокой подвижностью электронов.

Просвечивающая (растровая) электронная микроскопия (ПЭМ, ПРЭМ) позволяет исследовать структуру таких материалов. Этот метод позволяет оценить дефектность структуры, измерить концентрацию дефектов упаковки и двойников, определить моно- и поликристалличность, измерять размеры и концентрацию преципитатов As, а также исследовать их структуру.

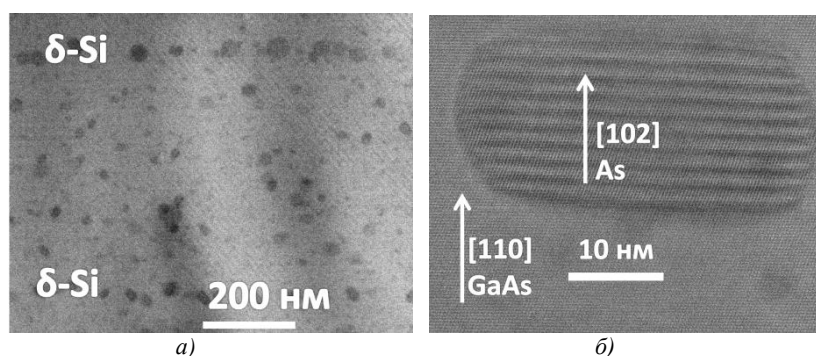


Рис. 1. Светлопольные ПРЭМ изображения: а) легированные δ -Si слои в GaAs-LT; б) отдельный крупный преципитат As.

В ходе работы исследовалось влияние на структуру изменение соотношения давления потоков групп III/V, отжиг, температура, легирование Si или введения δ -легированных слоев (**Рис. 1 а**). А также исследовались сверхрешетки LT-GaAs/GaAs:Si. При образовании преципитатов As с кристаллической решеткой, принадлежащей тригональной сингонии, на ПЭМ и ПРЭМ изображениях можно наблюдать муар, который позволяет определить ориентацию преципитаты в матрице GaAs (**Рис. 1 б**).

В этой работе были впервые исследованы структуры LT-GaAs, выращенные на подложках GaAs с ориентацией (111)A, структуры LT-InGaAs, выращенные на подложках GaAs (111)A с метаморфным буфером и подложках InP (411). Было проведено сравнение со структурами, выращенными на подложках (100). Было выявлено, что в структурах, выращенных на подложках (111) больше дефектов, а также могут образовываться поликристаллические области **Рис.2**.

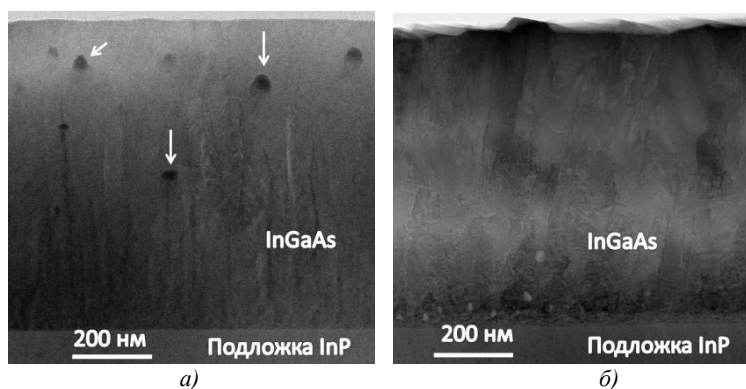


Рис. 2. Светлопольные ПРЭМ изображения структур InGaAs: а) на подложке InP (100), стрелками отмечены образования обогащенные In; б) на подложке InP (411).

Помимо преципитатов As в структуре GaAs-LT, в структуре InGaAs-LT обнаружены образования, обогащенные In (**Рис. 2 а**), но не имеющие своей структуры. В поликристаллических областях могут встречаться поры. Поли- и монокристалличность, ориентация зерен, дефектность исследовались с помощью электронограмм. Изменение состава в слоях, преципитаты и поры определялись с помощью контраста темнопольных (обладающих Z-контрастом) и светлопольных ПЭМ и ПРЭМ изображений, а также энергодисперсионного рентгеновского микроанализа.

Исследование гетероструктур GaAs/In(As, Bi) методами электронной микроскопии.

И.Н. Трунькин¹, А.Л. Васильев^{1,2}, А.А. Зверев³, И.П. Казаков³, И.А. Лихачев¹,
Э.М. Пашаев, Г.В. Пруцков, И.А. Субботин, В.И. Цехош.

¹ *Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия*

² *Институт кристаллографии РАН, Москва Россия*

³ *Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук,*

Гетероструктуры с квантовыми ямами (КЯ) InGaAs активно применяются для создания лазеров. Для достижения оптимальной длины волны излучения λ можно увеличить концентрацию In в КЯ, но этому препятствует сильное несоответствие с параметром решетки слоев GaAs. Одним из методов получения нужного значения λ является осаждение квантовых точек (КТ) InAs при низкой температуре. Другой способ изменения λ – это использование других элементов, например Bi.

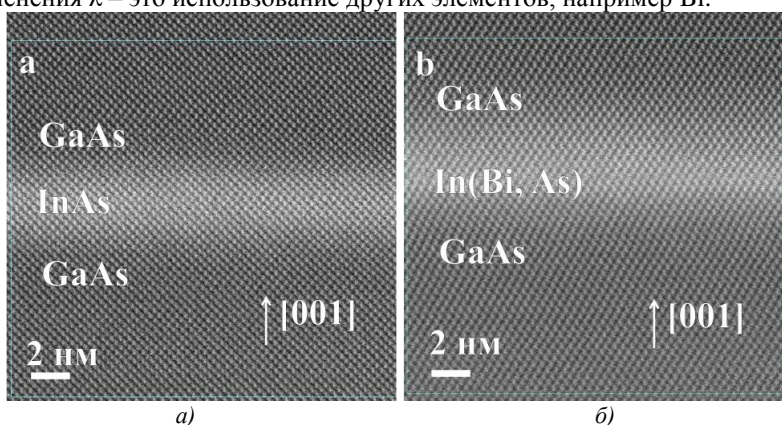


Рис. 1. Темнопольные ПРЭМ изображения гетероструктур: а) GaAs/InAs; б) GaAs/In(As, Bi).

Однако, изготовление структур, в которых часть атомов As в кристаллической решётке были бы заменены атомами Bi затруднено конкуренцией различных процессов в ходе роста. Методы электронной микроскопии позволяют подробно исследовать подобные структуры, исследовать влияние атомов Bi на формирование КЯ и оценить процессы, протекавшие во время роста. Для этого исследовались структуры с КЯ

In(As, Bi) и InAs **Рис. 1.** Для исследования применялись просвечивающая (растровая) электронная микроскопия (ПЭМ и ПРЭМ), ПРЭМ использовалась светлопольная и высокоугловая темнопольная с кольцевым детектором, обладающая Z-контрастом. Благодаря атомному разрешению и Z-контрасту можно точно определять толщины слоев и переходных областей, таким образом анализировать степень размытия.

В слое In(As, Bi) были обнаружены кластеры **Рис2.** Z-контраст на темнопольных ПРЭМ изображениях показал большую концентрацию тяжелых элементов по сравнению со слоями GaAs и In(As, Bi). С помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализа было определено, что кластеры представляют собой соединение InBi. Были обнаружены кластеры двух типов: с ГЦК структурой, как и GaAs(InAs и In(As, Bi)) (**Рис. 2. а**) и с собственной тетрагональной структурой (**рис. 2 б**). Во втором случае на ПЭМ и ПРЭМ изображениях с атомным разрешением можно наблюдать муар, вызванный наложением решеток InBi и GaAs. В этой работе были определены несколько возможных вариантов ориентации кластеров InBi в структуре GaAs и In(As, Bi).

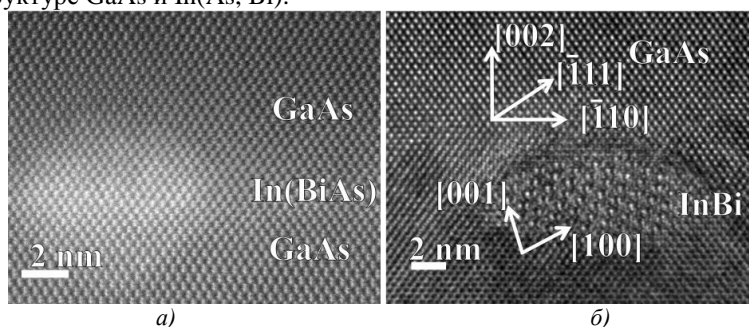


Рис.2. а) Темнопольное ПРЭМ изображение кластера с ГЦК структурой; б) Светлопольное ПЭМ изображение кластера с тетрагональной структурой.

Методом геометрической фазы было установлено, что вблизи кластеров происходит уменьшение значения тетрагонального искажения, вызванного несоответствием параметров решетки между слоями GaAs и In(As, Bi), поэтому значение искажения в первом образце для слоя InAs выше.

Размеры слоев и значения искажений проверялись с помощью метода рентгеновской дифрактометрии.

Фазовые превращения в системе Ni/Pt/Si при БТО.

А.М. Чапланов¹, М.И.Маркевич¹, Я.А.Соловьев², О.Э.Сарычев²,
С.Б.Кушев³, О.В.Сербин³

1 Физико-технический институт НАН Беларуси, 220141, г. Минск, Купревича 10, Беларусь

2 ОАО «ИНТЕГРАЛ»-управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» 220108, г. Минск, ул. Казинца И.П., 121А

3 Воронежский государственный технический университет, Московский проспект, 14 г. Воронеж, Россия

В настоящей работе методами электронографии и РЭМ исследовались фазовые превращения, происходящие в системе Ni/Pt/Si при быстрой термической обработке, осуществляемой импульсными фотонными пучками (БТО). Система Ni/Pt/Si широко используется для формирования как выпрямляющих контактов к кремнию при производстве диодов Шоттки, так и омических контактов в БИС и СБИС с субмикронными размерами [1].

На поверхность кремниевой пластины марки КЭФ-0.5 с ориентацией (111) методом магнетронного распыления последовательно наносились пленки платины и никеля толщиной ~ 150 нм, причем состав системы Ni-Pt содержал 40ат.% никеля и 60ат.% платины. Импульсный фотонный отжиг проводился в вакууме 10^{-3} Па на установке УОЛП-1 при плотностях энергии 110, 120, 136 и 150 Дж/см², что соответствовало 400, 450, 500 и 550⁰С. Время отжига составляло ~ 2.8 с.

Осажденная на поверхности кремния двухслойная пленка Ni-Pt является поликристаллической со средним размером зерна ~ 30нм.

Проведенные электронографические исследования показали, что при БТО кремниевой пластины с планарной стороны с температурой 400 и 450⁰С приводит к формированию на поверхности кремния слоя силицида никеля в модификации Ni₂Si. Исследование распределения никеля, кремния и платины по глубине полученного слоя силицида показало, что оно соответствует данным электронографического анализа. Концентрация платины по глубине слоя остается постоянной. При БТО системы Ni/Pt/Si с планарной стороны при температуре 500⁰С и выше на поверхности пластины кремния формируется слой NiSi, причем зерна имеют столбчатую структуру, их толщина превышает толщину двухслойной пленки Ni/Pt (Рис.1). Средний размер зерен составляет ~ 200нм.

Установлены особенности фазовых превращений, происходящие при импульсном фотонном отжиге в системе Ni/Pt/Si при облучении пластины кремния с планарной и непланарной стороны.

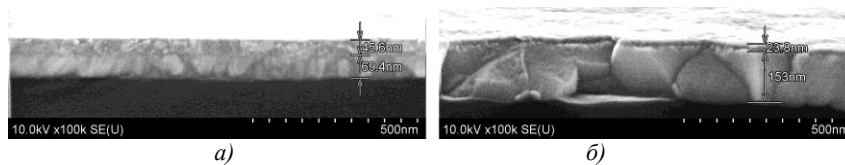


Рис. 1. Структура поперечного сечения кремниевой пластины: а) с нанесенной двухслойной пленкой Ni/Pt , б) после БТО при 550°C ,

1. *В.М. Иевлев, С.А. Солдатенко, С.Б. Куцев, Ю.В. Горожанкин, В.М. Вахтель.* Конденсированные системы и межфазные границы, 2007, т.9, 216-227.

2 *M.E. Loomans, D.Z. Chi, and S.J. Chua.* Metallurgical and materials transactions A, 2004, v.35A, 3053-3061.

Исследование микроструктуры тонких пленок HfO₂, выращенных методом плазменно стимулированного атомно-слоевого осаждения

Ю.М. Чесноков¹, А.В. Мяконьких², А.Е. Рогожин², К.В. Руденко², А.Л. Васильев^{1,3}

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

² *Физико-технологический институт РАН, 117218, Нахимовский проспект, д. 36/1, Москва, Россия*

³ *Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Ленинский проспект, д. 59, Москва, Россия*

Масштабирование интегральных приборов в область нанометровых размеров привело к необходимости применения новых материалов. Важной задачей является замена диэлектрического слоя SiO₂ материалом с высоким коэффициентом диэлектрической проницаемости (high-k) для снижения туннельного тока без ущерба для емкости и эффективности управления в затворной структуре нанотранзистора. Микроструктура high-k диэлектриков значительно влияет на электрические свойства прибора,

Тонкие 10 нм диэлектрические слои HfO₂ формировались методом плазменно-стимулированного атомно-слоевого осаждения (ALD) на подложке монокристаллического Si. Циклический механизм атомно-слоевого роста позволяет контролировать состав каждого монослоя материала, что позволяет целенаправленно формировать интерфейсные слои между основным слоем диэлектрика, подложкой и металлическим электродом, что очень важно для электрических свойств будущей МДП-структуры.

Для исследования образцов методами электронной микроскопии были подготовлены поперечные и планарные сечения полученных структур. Исследование проводилось в просвечивающем растровом электронном микроскопе Titan 80-300 (FEI, США) с ускоряющим напряжением 300 кэВ, с корректором сферической аберрации, анализатором характеристических потерь энергии электронов (EELS, Gatan, США) и энергодисперсионным рентгеновским спектрометром. Изучалось влияние параметров роста и различных режимов термообработки на микроструктуру, состав и электрические свойства стека затвора. Кристаллическая структура определялась в основном методом ПЭМ высокого разрешения.

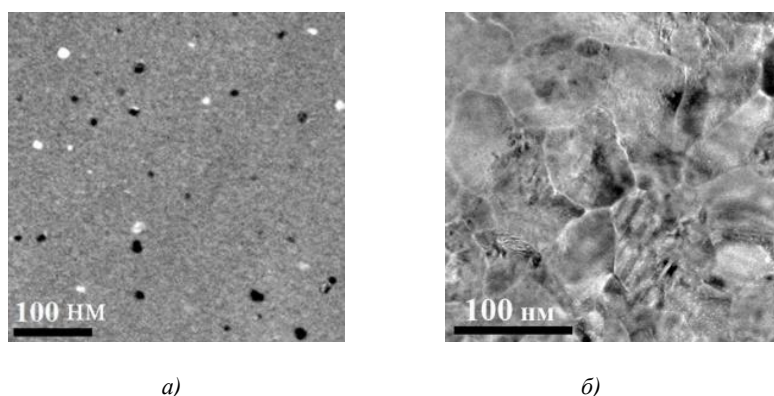


Рис. 1. а) Планарное темнопольное ПЭМ изображение выращенной пленки HfO_2 ; б) планарное светлопольное ПЭМ изображение пленки HfO_2 после отжига.

Изучено влияние температуры (150-300 °С) в процессе плазменного наложения атомного слоя HfO_2 и условий следующей термической обработки на кристаллические и электрические свойства. Осажденная пленка HfO_2 состоит из моноклинных нанокристаллов, встроенных в аморфную матрицу (Рис. 1. а)). Было обнаружено, что плотность кристаллитов экспоненциально возрастает с увеличением температуры осаждения, но диаметр нанокристаллов не зависит от температуры осаждения. Последующий отжиг при 425 °С в течение 30 мин или при 950 °С в течение 4 с привел к полной кристаллизации через латеральный рост нанокристаллов в пленках, выращенных при 250 и 300 °С (Рис. 1. б)). Однако для образца, выращенного при 150 °С, последующий отжиг при 425 °С привел к образованию дендритно-подобных кристаллических кластеров, встроенных в аморфную матрицу. Отжиг значительно увеличил токи утечки как в поликристаллических, так и в аморфных пленках HfO_2 .

Рост пленок Si на диэлектрическом слое SiO₂/Si₃N₄ и образование силицидов Pt на поли-Si при низких температурах подложки

К.В. Чиж¹, Л.В. Арапкина¹, В.П. Дубков¹, С.А. Миронов¹, О.В. Уваров¹,
Д.Б. Ставровский¹, О.Ю. Наливайко², А.Г. Новиков³, П.И. Гайдук³,
В.А. Юрьев¹

¹ *Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва,
ул. Вавилова, 38, Россия*

² *ОАО «ИНТЕГРАЛ», г. Минск, 220108, ул. Казинца И.П., 121А, Республика Беларусь*

³ *Белорусский государственный университет, 220030, г. Минск,
просп. Независимости, 4, Республика Беларусь*

В последнее время получили широкое распространение монокристаллические схемы различных детекторов ИК излучения, газов, ускорения и т.д. Для их изготовления требуется сформировать детектор непосредственно на схеме считывания и обработки сигналов, выполненной по стандартной кремниевой технологии. Особый интерес вызывают низкотемпературные процессы роста пленок кремния и формирования силицидов металлов на диэлектрических слоях для изготовления детекторов после изготовления схемы считывания [1].

Рост тонких пленок Si на пластинах с диэлектрическими слоями Si₃N₄/SiO₂ осуществлялся методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) на установке Riberg EVA 32. Перед ростом образцы подверглись химической обработке, а затем отжигались при температуре 600°C в течение 6 часов в условиях сверхвысокого вакуума. Температуры роста слоев Si были в интервале 30 – 650°C, скорость роста составляла 0,3 Å/с, толщина 200 нм. Температура в процессе роста контролировалась при помощи инфракрасного пирометра, а структура растущего слоя – методом дифракции быстрых отраженных электронов (ДБОЭ). Выращенные гетероструктуры исследовались методом ИК-спектроскопии.

Исследование структуры слоя Si методом ДБОЭ показало, что в интервале температур 30 – 430°C формируется аморфная пленка (α-Si). При температурах от 450°C до 650°C наблюдается переход к росту поликристаллической пленки (poly-Si). Время перехода зависит от температуры роста. При температурах процессов выше 500°C практически вся пленка имеет поликристаллическую структуру. При более низких температурах роста наблюдается постепенный переход от аморфной к поликристаллической структуре. Эти данные подтверждаются

исследованиями методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Методом ИК-спектроскопии установлено, что в исходных образцах и в образцах, прошедших предварительный отжиг при 600°C , содержится водород, связанный с атомами азота и кремния. Это объясняется тем, что слой Si_3N_4 наносился методом CVD при температуре 750°C , и содержание атомов водорода в таких слоях может достигать 6–8%. Десорбция водорода из слоев Si_3N_4 наблюдается при температурах отжига свыше 900°C . Исследования структур со слоями Si показали, что предварительная термообработка при температуре 600°C не влияет на спектр поглощения образцов, а рост слоя Si, независимо от температуры процесса, приводит к уменьшению поглощения на полосах, связанных с атомами водорода (в интервале $700 - 1300 \text{ см}^{-1}$ и около 3100 см^{-1}). В образцах, выращенных при низких температурах, при которых формируется $\alpha\text{-Si}$, появляется новая полоса поглощения с максимумом около 2100 см^{-1} , соответствующей связи Si–H. В работе делается предположение, что появление полосы поглощения около 2100 см^{-1} связано с диффузией атомов водорода из слоя Si_3N_4 в $\alpha\text{-Si}$ слой. Обсуждаемый в докладе механизм наблюдаемого процесса основан на теории, представленной в работе [2].

Формирование силицидов Pt проводилось методом равновесной термической обработки в среде Ar. Нанесение пленок Pt толщиной (20–22) нм проводилось на подложки типа c-Si/SiO₂/Si₃N₄/поли-Si в установке магнетронного распыления при стандартных технологических режимах.

Термообработка проводилась в реакторе со стабилизацией температуры не хуже, чем $\pm 1\%$, при стабильном потоке Ar в 60 ± 10 л/мин. при температурах от 120 до 550°C .

Методами ИК Фурье-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа было установлено, что при температурах 300 и 350°C изменяется структура границы поли-Si/Pt_xSi. Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии был определен состав образующихся пленок Pt_xSi при различных температурах.

1. *M.S. Storozhevskiy, V.P. Dubkov, L.V. Arapkina, K.V. Chizh, S.A. Mironov, V.A. Chapnin, V.A. Yuryev. Proc. SPIE, 2017, 10248, 102480O.*
2. *R.D. Street. Physica B, 1991, 170, 69–81.*

Структура ядер а-винтовых дислокаций в n-GaN, введенных наноиндентированием

С.В. Шапенков¹, О.Ф. Вывенко¹, О.С. Медведев¹, Е.В. Убыйвовк¹, М. Seibt², P. Saring²

¹ Физический факультет СПбГУ, МРЦ «Нанотехнологии», Ульяновская ул., 1, Санкт-Петербург, 198504, Россия

² Гёттингенский университет имени Георга-Августа, IV Физический институт, Гёттинген, 37077, Германия

Нитрид галлия (GaN) и другие тринитриды, благодаря широкой запрещенной зоне и высокой теплопроводности, являются перспективными материалами для разработки новых светодиодных и силовых полупроводниковых приборов. В большинстве случаев GaN выращивают на подложках из сапфира (или карбида кремния), что приводит к большой плотности ростовых дислокаций (до 10^{10} см⁻²[1]), которые негативно влияют на рабочие параметры приборов. Вместе с тем, недавно было обнаружено[2-4], что свежевведенные (индентированием или царапанием) а-винтовые дислокации могут являться эффективными источниками ультрафиолетового излучения.

В настоящей работе методами ПЭМ и СПЭМ исследовалась тонкая структура ядер дислокаций, введенных наноиндентированием в изоморфный, специально нелегированный GaN. Образцы с ориентацией поверхности (0001) сначала утонялись механически с тыльной стороны до толщин меньше 100 мкм. Затем на ростовую поверхность GaN наносилась сетка уколов 6x6 с шагом в 75 мкм и нагрузкой ~600 мН. Далее, с помощью ионного травления с тыльной стороны в GaN PIPS были получены фольги для ПЭМ исследований.

Определение типов и пространственного распределения дислокаций было проведено в ПЭМ Philips CM200 в двулучевом режиме (рис 1а-в). Вблизи укола образовалась небольшая аморфная зона, с границ которой начинают распространяться прямолинейные, определенные как а-винтовые (рис 1б-в) дислокации во всех $\{1-210\}$ направлениях, оканчивающиеся полусидячими петлями, в направлении их распространения. Изгибы дислокационных линий происходят на их пересечениях. Образующиеся узлы были исследованы в СПЭМ режиме Zeiss Libra 200FE с помощью HAADF-детектора, что позволило уменьшить изгибные контрасты, увеличить просвечиваемую толщину образца, а также резкость дислокационных линий. Дислокации диссоциируют на частичные

по реакциям для векторов Бюргера: $1/3[-12-10] = 1/3[-1100] + 1/3[01-10]$ -с шириной расщепления $\sim 5-7$ нм. Для а-винтовых дислокаций это соответствует образованию двух частичных 30° - дислокаций, ограничивающих дефект упаковки типа I2[5], который является квантовой ямой кубической фазы с меньшей шириной запрещенной зоны. Расщепленные дислокации образуют расширенные узлы двух типов: треугольные и двойные треугольные (рис 1г-д) – с линейными размерами 11-13 нм. Результаты исследований катодоллюминесценции наноиндентированных образцов (рис 1е) подтвердили их полное совпадение с полученными ранее данными [2-3] на дислокациях, введенных микроиндентированием и нанесением царапин.

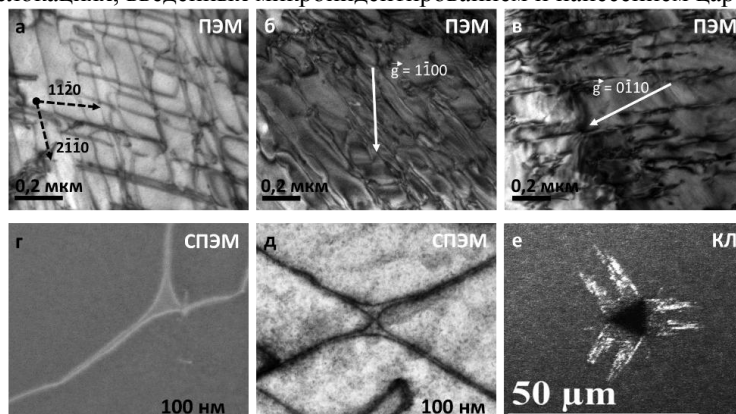


Рис.1. (а) – общий вид дислокационной сетки в ВФ в двухлучевых условиях, черными стрелками указаны кристаллографические направления; (б-в) – определение типа дислокаций с помощью g -критерия в двухлучевых условиях, контраст от дислокаций исчезает, когда вектор дифракции перпендикулярен их линиям; (г-д) – треугольный и двойной треугольный узлы в сканирующем режиме ПЭМ (е) - панхроматическое изображение в катодоллюминесценции одного из индентированных уколов, светлые линии – дислокации.

Работа была поддержана совместным грантом СПбГУ-DFG 11.65.40.2017

1. *Fong Kwong Yam, Li Li Low, Sue Ann Oh, and Zainuriah Hassan*, Gallium Nitride: An Overview of Structural Defects, InTech, 2011, 43 с.

2. *О.С. Медведев, О.Ф. Вывенко, А.С. Бондаренко*, Физика и техника полупроводников, 2015, 49, 1217-1222

3. *O.S. Medvedev, O.F. Vyvenko*, Phys. Status Solidi RRL, 2017, 1700297

4. *M. Albrecht, L. Lymparakis, and O. Neugebauer*, Phys. Rev., 2014, B 90, 241201

5. *Yu.A. Osipyan, I.S. Smirnova*, J. Phys. Chem. Solids, 1971, 32, 1521-1530

Особенности наноструктуры плёнок нитрида углерода, легированных оксидом европия в процессе роста.

Е.И.Шемченко, В.И.Глазунова

ГУ «Донецкий физико-технический институт им. А.А.Галкина», 83114, г.Донецк, ул.Розы Люксембург, 72.

Магнетрон постоянного тока позволяет получать материалы нужного состава и структуры, что возможно благодаря свойству магнетрона распылять композитные мишени, формируя кластеры необходимого химического состава нанометрового размера. Такие материалы могут сочетать как преимущества свойств, определяемых наноструктурой, так и собственных свойств соединений [1-3].

Методика получения плёнок подробно описывалась в работах [1,2].

ПЭМ-изображения плёнок $CN_x:Eu_2O_3$ были получены методами просвечивающей электронной микроскопии с помощью микроскопа JEM200A фирмы «JEOL», Рис.1:

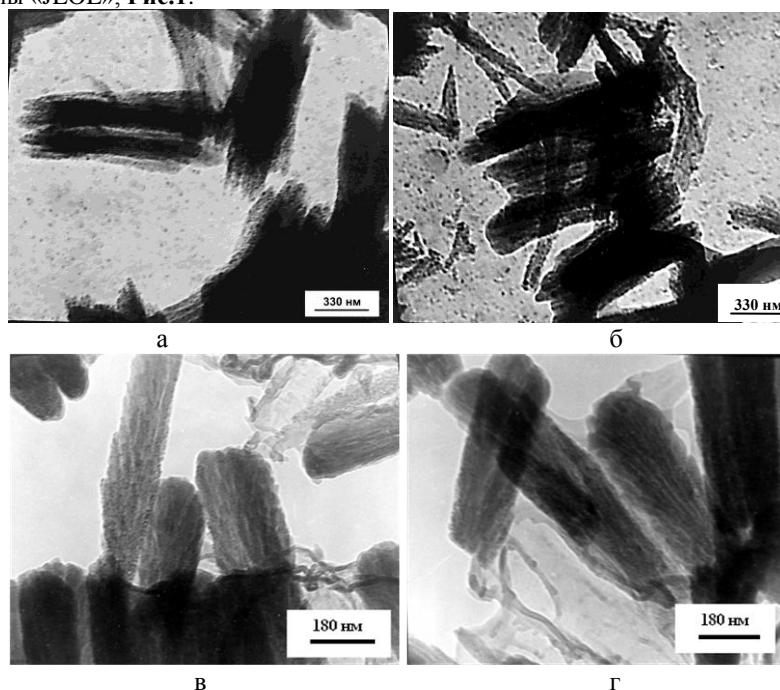


Рис.1 Характерные ПЭМ-изображения плёнок $CN_x:Eu_yO_z$. Рис.1а и б – серия №1, отдельные пучки нанокolonн, поверх массива плёнки. Рис.1в и г, - серия №2, отдельные пучки нанокolonн, удалённых из массива плёнки.

Данные образцы состоят из пучков углеродных нанокolonн и нанотрубок, плотно прилегающих друг к другу. Длина их составляет порядка толщины плёнки, а диаметр и структура сильно отличаются. На ПЭМ-изображениях (Рис.1а и б) серии №1, диаметр волокон составляет порядка 10-15 нм, они прямые и не имеют разветвлений по всей длине. В отличие от них, нановолокна в серии №2 (Рис.1в и г) имеют диаметр 15-25 нм и интенсивно разветвлённую структуру. Эти отличия обусловлены параметрами работы магнетрона постоянного тока, а значит различными параметрами роста серий. В серии №1 ток магнетрона постоянного тока в начале процесса был относительно невелик, повышаясь, всё время роста плёнки до максимального, а в серии №2 ток магнетрона постоянного тока был всё время роста плёнки максимален и не изменялся.

Учитывая высокую энергию ионов буферного газа, образующихся в тлеющем разряде магнетрона постоянного тока – до 250 эВ, представляется вероятным выбивание отдельным ионом сразу небольшого участка однослойной графитовой плоскости из материала мишени. Совокупность таких частиц обычно называют фуллереновой сажой. Фуллереновая сажа представляет собой главным образом случайно свёрнутые графитовые слои небольшой площади. Эти слои обычно содержат поры размером около 2 нм, но могут иметь и случайным образом сформированные поры большего размера. Предполагается, что эти графитовые слои состоят из фрагментов фуллереноподобного углерода, в котором как пентагоны, так и гептагоны распределены случайно по гексагональной сетке, образуя непрерывную кривизну.

1. *E.I.Shemchenko, K.V.Gumennyk, V.V.Rumyantsev* Journal of Nanoscience with Advanced Technology.,(2015), 1, 1-12.

2. *Свиридов В.В., Шемченко Е.И., Вербенко И.А., Павелко А.А.* Эллипсометрическое изображение как критерий выбора модели слоя $CN_x:Eu_yO_z$ НА SiO_2 Вестник луганского национального университета имени ВЛАДИМИРА ДАЛЯ № 2 , (2014), 123-128.

3. *Полуэктов Н. С., Кононенко Л. И., Ефрюшина Н. П., Бельтюкова С. В.,* Спектрофотометрические и люминесцентные методы определения лантаноидов, Киев (1989).

4. *Паркер С.,* Фотолуминесценция растворов., М. (1972).

Образование новых структурных состояний в прессованных нанопорошках BaTiO_3

И.М. Шмыгько, Д.Д. Фролов, А.С. Аронин, В.В. Кедров

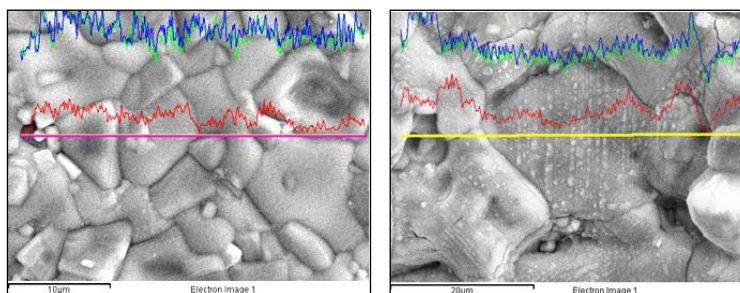
Институт физики твердого тела РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл.

Известно, что структурные состояния нано- и микро кристаллических объектов могут значительно отличаться друг от друга. Наши недавние исследования простых и сложных оксидов РЗМ, полученных из аморфных прекурсоров, выявили ряд структурных эффектов, которые до этого не были известны для микрокристаллического состояния. К ним относятся: образование двухфазного состояния на первых этапах кристаллизации этих соединений из аморфных прекурсоров, когда отдельные нанокристаллиты состоят из фазы ядра и изоморфной ей поверхностной фазы с бо́льшим периодом решетки, циклические перестройки структуры с ростом размера кристаллитов, неизвестные для микрокристаллического состояния. Оба этих эффекта мы связывали с повышенной энергией поверхностных атомов по отношению к энергии атомов в объеме и ростом доли поверхностной энергии при уменьшении размера наночастиц. Далее мы провели исследования влияния дополнительной внешне введенной энергии в систему ансамбля наночастиц на образование новых структурных состояний, неизвестных для выбранной системы из ансамбля микрочастиц. В качестве внешнего воздействия, изменяющего энергию системы, мы выбрали прессование нанопорошков. В этом случае энергия системы меняется за счет дополнительной энергии межкристаллитных границ. Для этой цели были проведены исследования изменения структуры нано-кристаллических порошков простых оксидов Y_2O_3 , Gd_2O_3 и Eu_2O_3 после прессования их в таблетки. Было показано, что начиная с некоторого размера и совершенства структуры кристаллитов порошкообразных образцов, определяемых температурой и временем отжига, последующее прессование при максимальной нагрузке $6.4 \times 10^3 \text{ кг/см}^2$ и дополнительный отжиг полученных таблеток приводят к образованию в них новых фазовых состояний. Полученный результат явно указывает на заметное влияние энергии межкристаллитных границ на фазовые состояния нано кристаллических систем для простых оксидов редкоземельных элементов.

Для подтверждения общности этого результата подобные исследования были проведены для нанопорошков BaTiO_3 , имея в виду важность керамик из сегнетоэлектриков в электронной промышленности. Для этой цели методами рентгеновской дифрактометрии, электронной сканирующей и просвечивающей микроскопии, а также дифференциальной

калориметрии исследованы изменения структуры нанокристаллического порошка BaTiO_3 и прессованных таблеток, полученных из этого порошка, после последующих высокотемпературных отжигов на воздухе. Оказалось, что, начиная с температуры отжига, равной $T=1200^\circ\text{C}$, в таблетках наряду с фазой BaTiO_3 образуется значительное количество фазы Ba_2TiO_4 . Эта фаза является равновесной - при понижении температуры отжига до $700\text{--}600^\circ\text{C}$ она практически исчезает, а при повторном повышении температуры отжига до 1200°C восстанавливается фактически до исходного состояния. Отжиги порошкообразных образцов к образованию новых фазовых состояний не приводят. С отжигом растет только размер их кристаллитов.

Электронномикроскопические исследования показали, что новая Ba_2TiO_4 фаза образуется не в межкристаллитных границах, а образуется отдельными выделениями, сравнимыми по размеру с кристаллитами BaTiO_3 , см. рис1.



(a)

(b)

Рис.1. SEM изображение участков поверхности таблетки BaTiO_3 : (a) – состав Ba_2TiO_4 , (b) - состав BaTiO_3 (штриховые линии отображают сегнетоэлектрические домены тетрагональной фазы).

Предполагается, что образование фазы Ba_2TiO_4 в прессованных таблетках и ее отсутствие в свободных порошках BaTiO_3 связано с разной концентрацией свободного кислорода на поверхности кристаллитов в порошке и таблетках в процессе прессования, [1].

I. I.M. Shmyt'ko, D.D. Frolov, A.S. Aronin, G.R. Ganeeva, and V.V. Kedrov. Physics of the Solid State, (2017), 59, 1196–1205.

Электронная микроскопия в исследовании новых антифрикционных алюминиевых сплавов

О.О. Щербакова¹, Т.И. Муравьева¹, Д.Л. Загорский¹

1 Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия

В работе исследовали экспериментальные антифрикционные алюминиевые сплавы с добавками железа. Данные сплавы моделируют материалы, получаемые из вторичного сырья (отходов собственного производства, лома и т.п.). Использование последнего дает перспективу значительного снижения цены продукции.

Сплавы исследовались после трибологических испытаний, моделирующих работу узла трения. Для изучения процессов, происходящих в приповерхностных слоях в процессе трения после испытаний, был приготовлен косой срез колодки.

Для исследований в работе применялся сканирующий электронный микроскоп Quanta 650 с использованием двух детекторов (вторичных и обратноотраженных электронов) и аналитического оборудования EDAX (которое включало рентгеноспектральный анализатор (EDS) и камеру дифракции обратноотраженных электронов (EBSD)).

На рис. 1 дано СЭМ - изображение среза колодки.

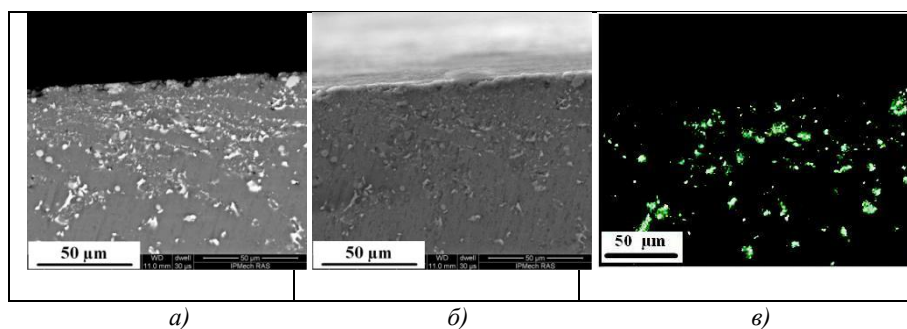


Рис. 1. Электронномикроскопическое изображение поверхности косого среза колодки после триботехнических испытаний: а) в обратноотраженных электронах; б) во вторичных электронах; в) мэппинг по олову.

Совместное применение вторичных и обратноотражённых электронов позволило чётко выявить фазы, отличающиеся по атомным весам составляющих элементов. На полученных изображениях можно выделить

приповерхностный слой, толщина которого составляет примерно 40 мкм. Структура этого слоя заметно отличается от структуры в объеме: на ней заметны фазовые включения, которые, упорядочены по направлению трения. Рентгеноспектральный анализ позволил установить, что это оловянные фазы. Ориентация этих фаз связана с тем, что в процессе трения в приповерхностном слое происходит деформирование зерен и дендритных ячеек алюминиевой матрицы, приводящее к выдавливанию легкоплавкой оловянной фазы на поверхность колодки [1,2].

На рис.2 приведены результаты исследования ДОЭ, которые также иллюстрируют процесс деформации зерён в приповерхностном слое.

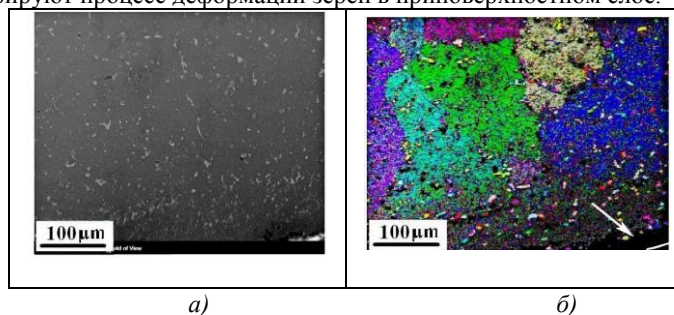


Рис. 2. Электронномикроскопическое изображение поверхности косога среза колодки после трибологических испытаний: а) во вторичных электронах; б) карта ДОЭ.

Анализ картин ДОЭ (Рис.2 б), показал, что в приповерхностной области идентифицировать зёрна не удалось (чёрный цвет – указан стрелкой), очевидно, в результате их сильной деформации. В области более отдалённой от поверхности (100 - 150 мкм) достаточно чётко выделяются зёрна (серый цвет), однако определить их ориентацию не представляется возможным - по-видимому из-за их сильного искажения. В то же время видно, что в объёмных слоях сплава зёрна имеют различную ориентацию и неискаженны.

Таким образом, в работе показано, что комбинация различных электронномикроскопических методов позволила детально изучить процессы, происходящие в приповерхностном слое при трении.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Гранта РФФ 14-19-01033-П (приготовление шлифов и микроскопические исследования) и гранта Президента РФ МК-871.2018.8 (изучение ДОЭ).

Литература.

1. И.Г. Горячева, Ю.Ю. Маховская. Физическая мезомеханика, 2016 (19), №1, 15-23.
2. Н.А. Буше, И.Г. Горячева, Р.А. Корнеев. Известия ВУЗов. Северо – Кавказский регион. Технические науки. Спецвыпуск, (2001), 35-39.



crys.ras.ru/rcem